

# SPARK PLASMA SINTERING VERS L'INDUSTRIALISATION EN AERONAUTIQUE

## RAPPORT DE STAGE

*Auteur : Mario GONZALEZ MEDRANO*

*Directeurs : Alain COURET*

*Lise DURAND*

*Jean-Phillipe MONCHOUX*

*Tuteur : Francisco MARTINEZ GOMEZ*

Mai, 2011

Année Universitaire: 2010-2011



Escuela Universitaria de  
Ingeniería  
Técnica Industrial  
Universidad Zaragoza



# Remerciements

# Remerciements

Je souhaite adresser tout d'abord mes remerciements les plus sincères à Lise Durand pour son accueil chaleureux, sa gentillesse, sa patience, pour m'avoir fait confiance et m'avoir laissé une grande autonomie dans mon travail. Je me suis senti vraiment chanceux d'avoir fait mon stage à ses côtés et j'en garderai un très agréable souvenir.

Mes remerciements s'étendent également à Alain Couret, Jean-Philippe Monchoux et Thomas Voisin pour avoir su créer une atmosphère de travail la plus agréable grâce à laquelle j'ai œuvré dans les meilleures conditions possibles.

Finalement, je tiens également à souligner l'ambiance dynamique et chaleureuse qui règne au CEMES/CNRS et je ne voudrais pas oublier toutes les personnes que j'ai pu rencontrer pour leur bonne humeur et sympathie.

# Index



# Table de Matières

|   |           |
|---|-----------|
| <b>Remerciements</b>  | <b>3</b>  |
| <b>Introduction</b>   | <b>12</b> |
| <b>Document</b>   | <b>13</b> |
| <b>1 Présentation du CEMES/CNRS</b>   | <b>14</b> |
| 1.1. CNRS .....   | 14        |
| 1.2. CEMES .....  | 15        |
| 1.3. Groupes et thèmes de recherche .....                                       | 16        |
| 1.3.1. Matériaux Cristallins sous Contraintes (MC2) .....                       | 16        |
| 1.3.2. Groupe NanoSciecnes (GNS) .....  | 16        |
| 1.3.3. Nanomatériaux (nMat) .....   | 17        |
| <b>2 Spark Plasma Sintering (SPS)</b>   | <b>18</b> |
| 2.1. Principe .....   | 18        |
| 2.2. Machine .....  | 21        |
| 2.3. Alliages TiAl .....  | 23        |
| <b>3 Modélisation par la Méthode des Éléments Finis</b>                         | <b>25</b> |
| 3.1. Contrôle de la température dans le SPS .....                               | 25        |
| 3.2. Description du code .....  | 26        |
| 3.2.1. Introduction .....   | 26        |
| 3.2.2. Module de transfert de chaleur .....                                     | 26        |
| 3.2.3. Mode opératoire .....  | 27        |
| 3.3. Comparaison des machines SPS .....   | 34        |
| 3.3.1. Détermination du pas simulé représentatif .....                          | 35        |
| 3.3.2. Détermination du coefficient d'émissivité équivalent, $\epsilon_f$ ..... | 39        |
| 3.3.3. Applications aux autres machines .....                                   | 40        |
| 3.3.4. Conclusion .....   | 44        |
| 3.5. Prise en compte de la porosité de l'échantillon .....                      | 44        |
| 3.5.1. Modèle .....   | 44        |
| 3.5.2. Porosité pour le modèle de Mecachrome .....                              | 45        |
| 3.6. Détermination des paramètres thermo mécaniques du graphite SGL 7710 .....  | 45        |
| 3.6.1. Propriétés .....   | 45        |
| 3.6.2. Capacité thermique .....   | 46        |
| 3.6.3. Conductivité thermique .....   | 47        |
| 3.6.4. Résistivité électrique .....   | 48        |

|          |   |           |
|----------|---|-----------|
| <b>4</b> | <b>Caractérisation microstructurale et mécanique</b>            | <b>50</b> |
| 4.1.     | Microscope électronique à balayage .....                        | 50        |
| 4.1.1.   | Principe et équipement .....                                    | 50        |
| 4.1.2.   | Interaction électron-matière .....                              | 52        |
| 4.1.3.   | Équipement employé .....  | 54        |
| 4.2.     | Polissage mécanique .....                                       | 58        |
| 4.2.1.   | Principe .....  | 58        |
| 4.2.2.   | Mode opératoire .....   | 57        |
| 4.2.3.   | Échantillons polis .....  | 61        |
| 4.3.     | Observation .....   | 63        |
| 4.3.1.   | Microstructure de l'alliage GE B482 .....                       | 63        |
| 4.3.2.   | Microstructure de l'alliage G4 .....                            | 67        |
| 4.3.3.   | Microstructure de l'alliage TNM .....                           | 68        |
| 4.3.4.   | Microstructure de l'alliage nano TiAl .....                     | 70        |
| 4.4.     | Essai de dureté Vickers .....                                   | 71        |
| 4.5.     | Étude de la relation entre la dureté et la microstructure ..... | 73        |
|          | <b>Conclusion</b>   | <b>78</b> |
|          | <b>Bibliographie</b>  | <b>80</b> |

# Liste de Figures

|       |  |    |
|-------|--|----|
| 1.1.  | « la Boule » .....   | 15 |
| 1.3.  | « le Briquet » .....   | 15 |
| 2.1.  | Schéma de principe du Sparks Plasma Sintering .....  | 18 |
| 2.2.  | Modélisation des distributions des lignes de courants dans un module lors de la densification d'une alumine ou de cuivre ..... | 19 |
| 2.3.  | a) Séquences de trains de pulses de courant, b) Pastilleuse en graphite à 1100°C .....   | 19 |
| 2.4.  | Matériaux mis en forme par SPS .....   | 21 |
| 2.5.  | Dr. Sinter 2080 (Sumitomo Corp.) .....   | 22 |
| 2.6.  | Éléments pour réaliser le frittage .....   | 22 |
| 2.7.  | Formes variées des échantillons .....  | 22 |
| 2.8.  | Propriétés mécaniques à la température ambiante d'alliages TiAl élaborés par frittage flash ..                                 | 23 |
| 2.9.  | Diagramme de phase de l'alliage binaire TiAl .....   | 24 |
| 3.1.  | Navigateur de Modèles choix des dimensions d'espace .....  | 27 |
| 3.2.  | Navigateur de Modèles choix du modèle .....  | 28 |
| 3.3.  | Importer des données CAO à partir d'un Fichier .....   | 28 |
| 3.4.  | Sous-Domains – Transfert de Chaleur par Conduction (ht) .....  | 29 |
| 3.5.  | Sous-Domains – Milieu Conducteur DC (dc) .....   | 29 |
| 3.6.  | Limites - Transfert de Chaleur par Conduction (ht) .....   | 30 |
| 3.7.  | Limites – Milieu Conducteur DC (dc) .....  | 30 |
| 3.8.  | Augmenter ou diminuer la taille du maillage .....  | 30 |
| 3.9.  | Initialiser le maillage ou le raffiner .....   | 30 |
| 3.10. | Avancement – Créer le maillage .....   | 31 |
| 3.11. | Modèle maillé .....  | 31 |
| 3.12. | Paramètres des Solveurs .....  | 31 |
| 3.13. | Avancement – Résoudre le problème .....  | 32 |
| 3.14. | Modèle résolu .....  | 32 |
| 3.15. | Paramètres de section – Général .....  | 32 |
| 3.16. | Graphique en coupe .....   | 33 |
| 3.17. | Paramètres de section – Coupe .....  | 33 |
| 3.18. | Graphique de ligne Température – Longueur .....  | 34 |
| 3.19. | Paramètres de section – Ligne/Extrusion .....  | 34 |
| 3.20. | Machines SPS PNF2/CNRS, Mecachrome et ICB/CNRS (l'échantillon a pour les trois modèles un diamètre de 36mm) .....              | 34 |
| 3.21. | Température pour différents pas de calcul pour un rayon partant du cœur. Machine PNF2/CNRS sans feutrine 4V .....              | 37 |
| 3.22. | Pas de calcul de la figure de gauche pour une température à cœur de 1335°C. Machine PNF2/CNRS sans feutrine 4V .....           | 37 |

|       |  |    |
|-------|--|----|
| 3.23. | Température pour différents pas de calcul pour un rayon partant du cœur. Machine PNF2/CNRS sans feutrine 4.2V .....  | 37 |
| 3.24. | Pas de calcul de la figure de gauche pour une température à cœur de 1335°C. Machine PNF2/CNRS sans feutrine 4.2V .....                                     | 37 |
| 3.25. | Température pour différents pas de calcul pour un rayon partant du cœur. Machine PNF2/CNRS sans feutrine 4.4V .....  | 38 |
| 3.26. | Pas de calcul représentatif de la figure de gauche pour une température à cœur de 1335°C. Machine PNF2/CNRS sans feutrine 4.4V .....                       | 38 |
| 3.27. | Température pour différents pas de calcul pour un rayon partant du cœur. Machine PNF2/CNRS sans feutrine 4.6V .....  | 38 |
| 3.28. | Pas de calcul de la figure de gauche pour une température à cœur de 1335°C. Machine PNF2/CNRS sans feutrine 4.6V .....                                     | 38 |
| 3.29. | Température pour différents pas de calcul pour un rayon partant du cœur. Machine PNF2/CNRS sans feutrine 4.8V .....  | 39 |
| 3.30. | Pas de calcul de la figure de gauche pour une température à cœur de 1335°C. Machine PNF2/CNRS sans feutrine 4.8V .....                                     | 39 |
| 3.31. | Température pour différents pas de calcul pour un rayon partant du cœur. Machine PNF2/CNRS avec feutrine 3.6V .....  | 40 |
| 3.32. | Pas de calcul représentatif de la figure de gauche pour une température à cœur de 1335°C. Machine PNF2/CNRS avec feutrine 3.6V .....                       | 40 |
| 3.33. | Température pour différents pas de calcul pour un rayon partant du cœur. Machine Mecachrome avec feutrine 3.7V .....                                       | 41 |
| 3.34. | Pas de calcul représentatif de la figure de gauche pour une température à cœur de 1335°C. Machine Mecachrome avec feutrine 3.7V .....                      | 41 |
| 3.35. | Température pour différents pas de calcul pour un rayon partant du cœur. Machine ICB/CNRS avec feutrine 3.6V .....   | 42 |
| 3.36. | Pas de calcul représentatif de la figure de gauche pour une température à cœur de 1335°C. Machine ICB/CNRS avec feutrine 3.6V .....                        | 42 |
| 3.37. | Pas de calcul représentatif entre le centre et le bord de l'échantillon pour une température à cœur de 1335°C. Machine PNF2/CNRS avec feutrine 3.6V .....  | 43 |
| 3.38. | Pas de calcul représentatif entre le centre et le bord de l'échantillon pour une température à cœur de 1335°C. Machine Mecachrome avec feutrine 3.7V ..... | 43 |
| 3.39. | Pas de calcul représentatif entre le centre et le bord de l'échantillon pour une température à cœur de 1335°C. Machine ICB/CNRS avec feutrine 3.6V .....   | 43 |
| 3.40. | Graphique température [K] - capacité thermique [ $J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$ ] du graphite SGL 7710 .....   | 46 |
| 3.41. | Graphique température [K] - conductivité thermique [ $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ ] du graphite SGL 7710 .....  | 47 |
| 3.42. | Graphique température [K] - résistivité électrique [ $\Omega \cdot m$ ] du graphite SGL 7710 .....   | 48 |
| 4.1.  | Schéma de principe d'un microscope électronique à balayage .....   | 52 |
| 4.2.  | Principales émissions électroniques et électromagnétiques dues aux interactions d'un faisceau d'électrons avec un échantillon .....                        | 53 |
| 4.3.  | JEOL JSM-6490 .....  | 55 |
| 4.4.  | « Stage control » .....  | 56 |
| 4.5.  | « ht off » et « ht on » .....  | 56 |
| 4.6.  | « Gun alignment » .....  | 57 |
| 4.7.  | Image en mode « wobbler » .....  | 57 |
| 4.8.  | Polisseuse mécanique .....   | 60 |
| 4.9.  | Support et échantillon de 36mm de diamètre .....   | 61 |
| 4.10. | Plaque chauffante .....  | 61 |
| 4.11. | Polisseuse automatique .....   | 62 |
| 4.12. | Echantillons de 36mm, 8 mm de diamètre et autres formes .....  | 63 |
| 4.13. | Support des échantillons de dimensions petites .....   | 63 |
| 4.14. | Observation MEB des microstructures SPS élaborées avec la poudre GE B482 à 1200°C, 25MPa en 2' .....   | 64 |

|       |  |    |
|-------|--|----|
| 4.15. | Observation MEB des microstructures SPS élaborées avec la poudre GE B482 à 1200°C, 50MPa en 2' .....                     | 65 |
| 4.16. | Observation MEB des microstructures SPS élaborées avec la poudre GE B482 à 1225°C, 100MPa en 60' .....                   | 66 |
| 4.17. | Observation MEB des microstructures SPS élaborées avec la poudre GE B482 à 1260°C, 100MPa en 60' .....                   | 66 |
| 4.18. | Observation MEB des microstructures SPS élaborées avec la poudre G4 à 1200°C, 100MPa en 60', traitement SPS AI855 .....  | 67 |
| 4.19. | Observation MEB des microstructures SPS élaborées avec la poudre G4 à 1200°C, 100MPa en 60', traitement SPS AJ 471 ..... | 68 |
| 4.20. | Observation MEB des microstructures SPS élaborées avec la poudre TNM à 1175°C, 100MPa en 2' .....                        | 69 |
| 4.21. | Observation MEB des microstructures SPS élaborées avec la poudre TNM à 1225°C, 100MPa en 2' .....                        | 69 |
| 4.22. | Observation MEB des microstructures SPS élaborées avec la poudre TNM à 1275°C, 100MPa en 2' .....                        | 70 |
| 4.23. | Observation MEB des microstructures SPS élaborées avec la poudre de particules de nano TiAl .....                        | 70 |
| 4.24. | Schéma d'une empreinte d'indentation Vickers .....   | 71 |
| 4.25. | Schéma de principe d'un essai de dureté Vickers .....  | 71 |
| 4.26. | Empreinte de dureté Vickers dans un matériau ductile .....   | 72 |
| 4.27. | Empreinte de dureté Vickers dans un matériau fragile .....   | 72 |
| 4.28. | Zones où s'est réalisé l'essai de dureté .....   | 73 |
| 4.29. | Microstructure de chaque zone de l'échantillon voilé .....   | 74 |
| 4.30. | Machine de traction/compression Zwick Roell Z030 .....   | 75 |
| 4.31. | Courbe force-déplacement obtenue dans la zone 3 .....  | 75 |

# Liste de Tableaux

|       |   |    |
|-------|---|----|
| 3.1.  | Coordonnées en mètres de la position du pyromètre et de l'échantillon des machines SPS .. | 33 |
| 3.2.  | PNF2/CNRS sans feutrine (température à cœur 1335°C) .....                                 | 36 |
| 3.3.  | PNF2/CNRS avec feutrine (température simulée à cœur 1335°C) .....                         | 40 |
| 3.4.  | Mecachrome (température simulée à cœur 1335°C) .....                                      | 41 |
| 3.5.  | ICB/CNRS (température simulée à cœur 1335°C) .....  | 41 |
| 3.6.  | Propriétés en fonction de la porosité .....   | 44 |
| 3.7.  | Dimensions de l'échantillon et constante de porosité pour le modèle de Mecachrome .....   | 45 |
| 3.8.  | Propriétés du graphite SGL 7710 en fonction de la température .....                       | 45 |
| 3.9.  | Valeurs température-capacité thermique du graphite SGL 7710 .....                         | 46 |
| 3.10. | Valeurs température-conductivité thermique du graphite SGL 7710 .....                     | 48 |
| 3.11. | Valeurs température-résistivité électrique du graphite SGL 7710 .....                     | 49 |
| 4.1.  | Caractéristiques du microscope JEOL JSM-6490 .....  | 55 |
| 4.2.  | Méthodes de polissage utilisées pour des matériaux particuliers ou très complexes .....   | 59 |
| 4.3.  | Paramètres pour réaliser le polissage .....   | 62 |
| 4.4.  | Echantillons élaborés avec la poudre GE B482 frittées par SPS .....                       | 63 |
| 4.5.  | Echantillons élaborés avec la poudre G4frittées par SPS .....                             | 67 |
| 4.6.  | Echantillons élaborés avec la poudre TNM frittées par SPS .....                           | 68 |
| 4.7.  | Valeurs de la dureté Vickers obtenues .....   | 75 |
| 4.8.  | Valeurs moyennes de la dureté Vickers obtenues .....                                      | 76 |

# Introduction

# Introduction

Ce rapport est le fruit d'un stage d'une durée de huit mois dans le groupe MC2 (Matériaux Cristallins sous Contraintes), sur le site du CEMES (Centre d'Élaboration de Matériaux et d'Études Structurales), au sein du CNRS (Centre National de la Recherche Scientifique), sous la direction de Alain Couret (Directeur de Recherche), Lise Durand (Maître de Conférence) et Jean-Philippe Monchoux (Chargé de Recherche) et sous la surveillance de Jesús Martínez Gómez à l'École d'Ingénieurs Industriels de l'Université de Saragosse (EUITZ), dans le cadre de mon stage fin d'études déroulé grâce au programme de mobilité transfrontalière entre l'Université de Saragosse et l'Université Paul Sabatier. Ce programme a comme stratégie le renforcement de la coopération avec les universités françaises des régions frontalières à la Communauté Autonome d'Aragon (Espagne).

Le CEMES/CNRS a une activité de développement de matériaux métalliques et se lance dans la fabrication de pièces près de cotes par Spark Plasma Sintering (SPS). Le procédé SPS consiste à élaborer des matériaux par frittage d'une poudre en appliquant un courant pulsé de très forte intensité sous pression uni-axiale. Les frittages SPS sont réalisés à la Plateforme Nationale de Frittage Flash (PNF2/CNRS) de Toulouse. Cette modélisation permet de calculer en tout point du dispositif SPS et à tout instant les champs de température et de courant.

Le CEMES/CNRS veut fabriquer par SPS des pièces de formes complexes. Ces travaux sont menés dans le cadre de projets communs avec les industriels du secteur. Ils sont soutenus par l'utilisation de la modélisation aux éléments finis de la machine SPS développée par le groupe MC2 et qui est utilisée comme un outil prédictif des paramètres machines.

Au sein de ce projet, mon rôle fut l'adaptation de la modélisation de la méthode des éléments finis existante aux nouvelles formes et aux nouvelles conditions expérimentales et le contrôle de la qualité des pièces et de la microstructure des matériaux grâce au microscope électronique à balayage et aux essais mécaniques.

Ce rapport sera divisé en quatre parties. La première partie présentera le CEMES/CNRS, la deuxième partie décrira le SPS, la troisième expliquera la modélisation par la méthode des éléments finis, et enfin, la quatrième sur la caractérisation microstructurale et mécanique des échantillons.



# Document

# Chapitre 1

## Présentation du CEMES/CNRS

Dans ce chapitre nous ferons un parcours sur l'histoire et le développement du Centre National de la Recherche Scientifique (CNRS). Ensuite, nous présenterons le Centre d'Élaboration de Matériaux et d'Études Structurales (CEMES), ainsi que ses groupes de recherche et ses objectifs.

### 1.1. CNRS

Le CNRS a été créé le 19 octobre 1939 par le prix Nobel de physique Jean Perrin pour organiser la recherche française. Au début, il a été consacré aux recherches militaires, pour faire face à la pénurie de l'Occupation.

À la Libération, Frédéric Joliot- Curie gère le CNRS qui compte une cinquantaine de laboratoires. En septembre 1944, un comité directeur est réuni qui devient l'année suivante le Comité national de la recherche scientifique.

Après 1945, des nouveaux laboratoires sont créés à Paris et en province et le nombre de chercheurs et de collaborateurs passe de 2000 à 7000. La recherche devient une priorité nationale avec l'arrivée au pouvoir du général de Gaulle.

Des instituts nationaux naissent au sein du CNRS, comme l'institut d'astronomie et de géophysique (INAG, futur INSU), ou l'institut de physique nucléaire et physique des particules (IN2P3). Avec la création des premiers laboratoires associés commence le rapprochement entre le CNRS et l'Université.

En 1976, il se crée le département des sciences pour l'ingénierie qui gère des programmes sur l'énergie, l'environnement, les matériaux et les biotechnologies, de cette façon le CNRS s'étend à l'industrie pour répondre aux attentes de la société, grâce aux 250000 chercheurs et ITA que le CNRS regroupe au début des années 1980.

En poursuivant sa contractualisation avec l'Enseignement supérieur et les collectivités territoriales, en augmentant son travail dans ses

domaines phares comme l'ingénierie, le développement durable ou la communication, en favorisant la création d'entreprises par ses chercheurs, le CNRS continue cet effort d'ouverture qui est son héritage le plus précieux.

## 1.2. CEMES

Le CEMES a été fondé en 1957 par le professeur G. Dupouy. En janvier 1958, il a été installé sur le campus J. Marvig du CNRS. En 1989, le laboratoire d'optique électronique, pionnier de la microscopie électronique, est devenue le CEMES.

Au début, le laboratoire réalise des microscopes électroniques à très haute tension. Comme celui installé dans «la Boule» (Figure 1.1.), le premier microscope avec une tension supérieur à 1 million de volts (1.5 MV) construit en 1958 et opérationnel jusqu'en 1990. Il était protégé par une sphère métallique de 25m de diamètre.

En 1970, un second microscope a été installé dans «le Briquet» (Figure 1.2.). Il fonctionnait avec une tension de 3 millions de volts. Il était placé dans un bâtiment parallélépipédique de 24m d'hauteur. Jusqu'en 1995, il a été l'unique microscope au monde qui fonctionnait avec plus de 3 millions de volts.



Figure 1.1. «la Boule» [1]

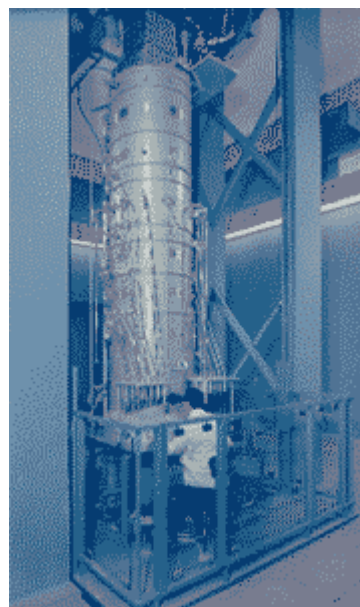


Figure 1.2. «le Briquet» [1]

À partir de 1989, le laboratoire étend ses activités à l'élaboration de matériaux et à leur étude structurale, l'étude de la plasticité et de la déformation sous contrainte mécanique, à l'étude des nanomatériaux et à l'étude des nanosciences.

Actuellement le CEMES est un laboratoire de recherche pluridisciplinaire. Il regroupe environ 160 Chercheurs, Ingénieurs, Techniciens et Administratifs dans 5 bâtiments de

recherche situés dans un parc de 5ha proche du cœur de Toulouse et du campus universitaire. Le laboratoire est lié par convention à l'Université Paul Sabatier, à l'Institut National des Sciences Appliquées, et à l'École des Mines d'Albi-Carmaux.

La vocation du CEMES est d'étudier la matière expérimentalement et théoriquement, de façon atomique et macroscopique. En outre, il élabore des matériaux, il synthétise des nouvelles molécules, il réalise des dispositifs et de l'instrumentation.

## 1.3. Groupes et thèmes de recherche

Le laboratoire rassemble trois groupes indiqués ci-dessous, chacun s'impliquant dans plusieurs opérations de recherche.

### 1.3.1. Matériaux Cristallins sous Contraintes (MC2)

L'objectif du groupe Matériaux Cristallins sous Contraintes (MC2) est d'identifier et d'analyser les mécanismes élémentaires de déformation et de relaxation dans des matériaux subissant des contraintes internes et/ou soumis à des contraintes appliquées. Il étudie leur influence sur les propriétés macroscopiques, électroniques optiques ou magnétiques.

Le groupe travaille sur une large gamme de matériaux, modèles ou à vocation industrielle. Ils sont développés dans le groupe ou par des partenaires académiques ou industriels.

Ces objectifs soutiennent d'analyser structurales, chimiques et microstructurales et bénéficient du couplage entre expériences et modélisations.

### 1.3.2. Groupe NanoSciences (GNS)

Le groupe nanosciences et picotechnologies (GNS) considère qu'un atome ou une molécule unique, stabilisé à la surface d'un métal ou d'un isolant, est un milieu quantique très complexe qui doit être étudié du point de vue physique et chimique. Il emploie les bases scientifiques et technologiques de la conception, de la synthèse chimique, et des études physiques des nanomachines unimoléculaire.

Il développe toute la chimie de fabrication de ces nanomachines, et les techniques modernes de nano-communications pour mesurer, contrôler et échanger des informations avec une molécule unique. Il cherche les limites physiques et chimiques des machines, il ouvre de nouvelles voies pour décrire les propriétés du milieu intramoléculaire. Enfin, il développe les bases technologiques de la miniaturisation ultime des ordinateurs et des micro-robots existants.

### 1.3.3. Nanomatériaux (nMat)

Ce groupe s'intéresse à l'élaboration, à la caractérisation structurale et physico-chimique, aux propriétés physiques, électriques, magnétiques, optiques et tribologiques, d'architectures de très petites dimensions.

Entre « Sciences des Matériaux » et « Nanotechnologies », ce groupe réalise des activités de type « nano-électronique », « nano-magnétisme » et « optique » pour permettre la fabrication, la compréhension des propriétés, la modélisation et l'intégration dans des systèmes de matériaux nanométriques.

*Remarque : nous nous sommes permis de citer plusieurs textes y compris dans la suite du manuscrite, nous renvoyons à la bibliographie [1] et [2].*

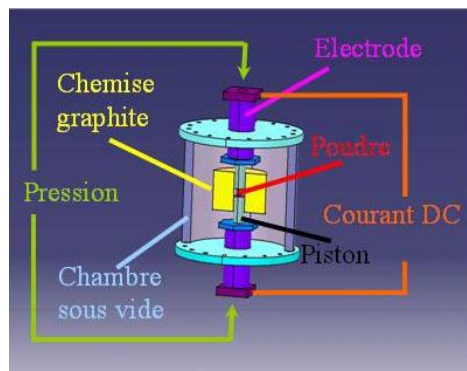
## Chapitre 2

# Spark Plasma Sintering (SPS)

Dans ce chapitre nous expliquons la technologie du frittage flash. Ensuite, nous présentons la machine SPS toulousaine de la Plateforme Nationale de Frittage Flash (PNF2/CNRS) grâce à laquelle nous avons obtenu nos échantillons de l'alliage TiAl. Nous examinons les bienfaits due à l'emploi du SPS pour les alliages TiAl.

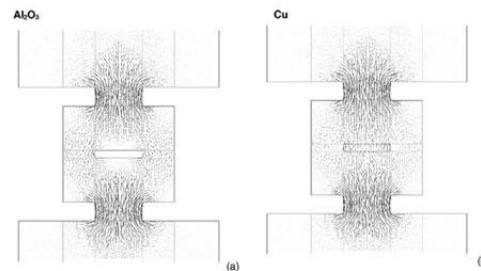
### 2.1. Principe

Le SPS (Spark Plasma Sintering) est un procédé similaire au pressage à chaud conventionnel car les précurseurs (généralement sans adjuvant de frittage) sont également introduits dans une enceinte permettant d'appliquer une pression uni-axiale lors du frittage. Dans la grande majorité des cas cette enceinte est constituée d'une chemise (matrice) et de pistons en graphite (Figure 2.1.) mais elle peut également être en acier ou en carbure ultra-dur (de type WC-Co). L'usage de graphite spécifique pour les chemises permet d'atteindre des températures de consolidations de l'ordre de 2000°C et des pressions uni axiales pouvant aller jusqu'à 200MPa. Par contre, l'usage de matrices en acier ou en carbure limitera les températures de frittage à respectivement 500°C et 700°C. Le frittage est généralement effectué sous vide secondaire, mais il peut également l'être sous atmosphère neutre (argon, azote...), réductrice (hydrogène) voire sous atmosphère oxydante mais dans ce dernier cas les chemises en graphite sont à proscrire.



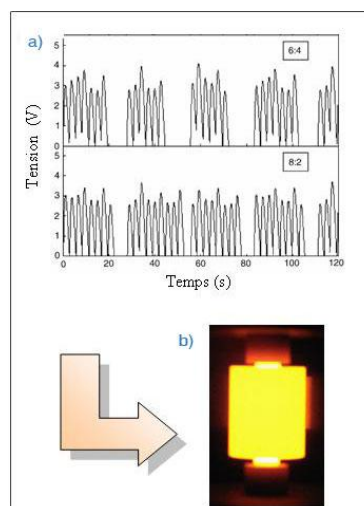
**Figure 2.1.** Schéma de principe du Spark Plasma Sintering [3]

La différence majeure entre le pressage à chaud conventionnel et le frittage flash réside dans le fait que la source de chaleur n'est pas externe mais qu'un courant électrique (continu - continu pulsé – ou alternatif) appliqué via des électrodes passe à travers l'enceinte de pressage conductrice et également dans l'échantillon s'il est conducteur ou semi-conducteur (Figure 2.2.).



**Figure 2.2.** Modélisation des distributions des lignes de courants dans un module lors de la densification d'une alumine ou de cuivre [3]

Dans la plupart des installations SPS courantes, des séries de trains de pulses de courant continu (pulse d'une durée de 3ms) entrecoupés de temps morts (Figure 2.3.) d'intensité et de tension variables sont appliquées de manière à atteindre la température de frittage désirée. Le dispositif lui-même agit donc en tant que source de chauffage ce qui permet d'obtenir des vitesses de chauffage élevées (jusqu'à 600°C/min et plus) et assure un bon transfert de la chaleur à l'échantillon. Chen et coll. [4] remarquent que les pulses n'ont pas toujours la même intensité mais pour une température donnée (c.à.d. à puissance dissipée constante) les valeurs maximales de la tension et de l'intensité augmentent lorsque l'on diminue le nombre de pulses dans la séquence alors que la valeur efficace reste constante.



**Figure 2.3.** a) Séquences de trains de pulses de courant, b) Pastilleuse en graphite à 1100°C [3]

Ce procédé est maintenant industrialisé pour produire des petits objets de formes simples mais également des pièces de formes complexes et de diamètres aussi larges que 500mm. Sur les systèmes courants, une pression uni-axiale est appliquée mais dans certains cas une pression pseudo-isostatique peut être appliquée lorsque les objets sont enrobés dans un milieu conducteur ce qui permet de transmettre la pression. Ainsi des objets frittés de très grande compacité ont pu être obtenus (sans ajouts ou additifs facilitant le frittage) pour des températures plus faibles (quelques centaines de degrés moins élevées) et surtout des temps de frittage significativement plus courts (quelques minutes) que lors de l'utilisation de méthodes conventionnelles.

Les inventeurs de ce procédé ont attribué ces capacités de frittage à la production d'un arc ou d'une décharge plasma entre les grains de particules d'où le nom de la technique. Ainsi d'après eux, au début du traitement, l'arc et/ou le plasma généré lors de la décharge nettoie la surface des grains de toute substance adsorbée. De fait, une augmentation de la diffusion dans les joints de grains est attendue car la surface des grains est rendue fortement active, ce qui favorise le transfert de matière et ainsi facilite le frittage et le grossissement de grains.

Munir et coll. [5] ont pour leur part proposé un autre mécanisme, comme la génération d'étincelles ou d'un plasma qui n'ont pas réellement été prouvées, ils pensent que seule l'application d'un champ électrique est à l'origine de cette densification plus rapide.

D'autres auteurs disent que la technique SPS n'apporte rien de plus par rapport aux méthodes de mises en formes conventionnelles. Ces auteurs indiquent que l'accroissement de la cinétique de frittage peut aisément s'expliquer par une pression exercée plus élevée que pour les méthodes conventionnelles et/ou que la température de frittage indiquée est sous-estimée car mesurée par thermocouple ou pyrométrie optique à la surface de la chemise en graphite et non pas au niveau de l'échantillon.

A ce jour, il reste à faire beaucoup de travail au niveau de la compréhension des mécanismes de frittage mis en jeu lors de compaction de matériaux par cette technique. En tout état de cause, de nombreux matériaux ont été frittés par cette méthode SPS (Figure 2.4.) et dans la plupart des cas avec des temps de cycles bien plus brefs que pour les techniques conventionnelles de mise en forme.



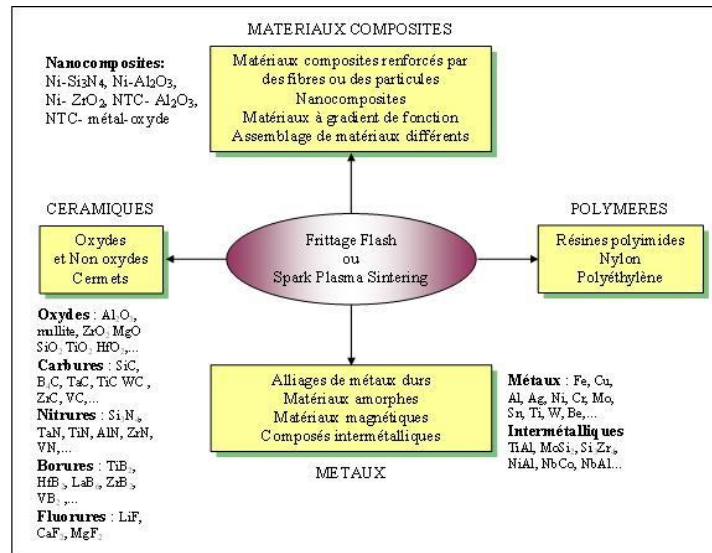


Figure 2.4. Matériaux mis en forme par SPS [3]

## 2.2. Machine

La première machine de Frittage Flash (Figure 2.5.) de France a été installée à Toulouse par le CEMES-CNRS en 2003-2004. C'est un équipement ouvert à la communauté via la Plateforme Nationale de Frittage Flash du CNRS (PNF2-CNRS), située géographiquement dans le Module de Haute Technologie de l'Université Paul Sabatier de Toulouse; plus de 5.000 échantillons ont déjà été densifiés.

La machine installée est le modèle Dr Sinter 2080 (Sumitomo Corp.). Cet équipement peut fournir un courant continu de 8000 A d'intensité sous une tension de 5 V.

Les trois éléments qui composent la machine sont :

- Une unité de traitement (enceinte de réaction, pompes à vide primaire et secondaire, pyromètre digital, presse hydraulique)
- Une unité de pilotage informatique
- Une unité de puissance (production de courants pulsés)



**Figure 2.5.** Dr. Sinter 2080 (Sumitomo Corp.)

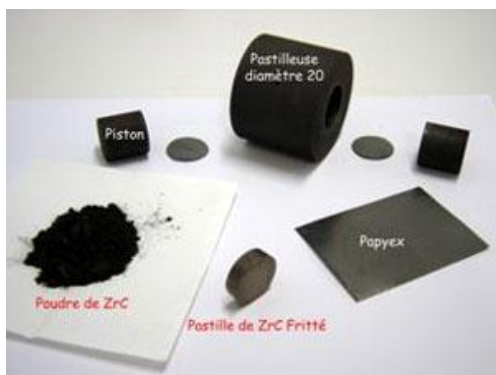
La machine SPS permet de réaliser plusieurs types de performance :

- Températures jusqu'à 2000°C
- Pressions modulées de 1 à 2000MPa
- Frittage sous vide secondaire, argon ou azote
- Séquence de pulses de courant continu de 3ms pouvant atteindre 8000A

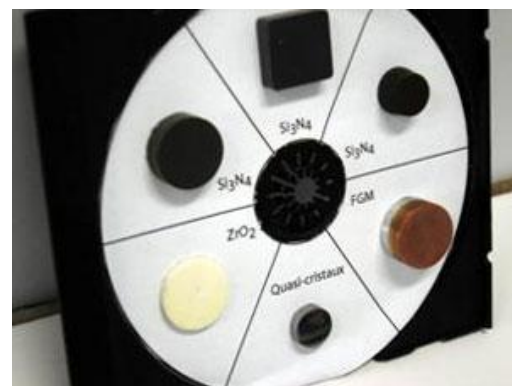
Le temps de frittage est de quelques minutes. Prenons l'exemple de l'alumine  $\text{Al}_2\text{O}_3$  que l'on peut fritter à 1200°C avec un taux de compacité de près de 99% en 5 minutes.

Les pastilles frittées pouvant atteindre 10 mm d'épaisseur, les pastilleuses standard en carbone du service possèdent des diamètres de 8, 15, 20, 30, 36 et 50 mm.

Ci-dessous, on peut voir quelques photos de céramiques  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (formes variées), zircon  $\text{ZrO}_2$ , alliages (quasicristaux Al, Cu, Fe) et matériau à gradient de fonction FGM (Al/(Cu,Zn)/Cu).



**Figure 2.6.** Éléments pour réaliser le frittage [1]

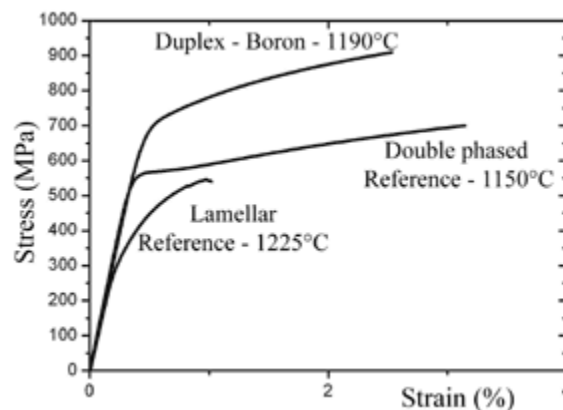


**Fig 2.7.** Formes variées des échantillons [1]

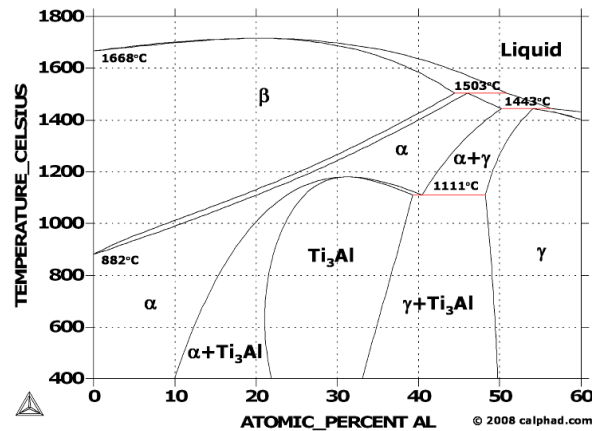
## 2.3. Alliages TiAl

Couret et coll. [6] pensent que les alliages TiAl sont développés pour des applications dans les moteurs à turbine à gaz en raison de leur module de Young élevé, et de leur bonne résistance à l'oxydation. Par contre, ces alliages intermétalliques souffrent d'une faible ductilité à la température ambiante et de résistance au fluage à des températures de service (700-750°C) limitées. D'un point de vue technologique, les limitations courantes sont dues à une grande dispersion dans les propriétés mécaniques résultant des inhomogénéités chimiques et structurales, des difficultés de fabrication et des coûts élevés.

Raffiner la microstructure est actuellement étudié pour atteindre les propriétés mécaniques (Figure 2.8.) bien équilibrées et reproductibles. Plusieurs itinéraires sont utilisés généralement à cette fin : addition des inhibiteurs de croissance des grains tels que le bore, activation des transformations de phase sélectionnées, solidification dans le domaine de la phase  $\beta$  (Figure 2.9.), transformation de forgeage ou métallurgie des poudres. Jabbar [7] remarque que la résistance à froid ou à chaud peut être augmentée en réduisant la mobilité des dislocations, soit par l'ajout d'éléments lourds, soit par l'incorporation de carbone ou de silicium qui formeront des carbures ou des siliciures. Dans ce contexte, nous utilisons la métallurgie des poudres avec le procédé spark plasma sintering (SPS) pour produire un alliage TiAl à microstructure raffinée.



**Fig 2.8.** Propriétés mécaniques à la température ambiante d'alliages TiAl élaborés par frittage flash [6]



**Figure 2.9.** Diagramme de phase de l'alliage binaire TiAl [8]

À partir de ces considérations SPS pour les alliages TiAl, on peut souligner les trois points suivants :

- La microstructure de l'alliage peut être contrôlée par la température de frittage
- Le SPS permet la rétention des microstructures
- Le Nb à haute teneur en alliages TiAl a montré que l'utilisation de poudres fines et l'augmentation du temps de maintien peut conduire à l'affinement de la microstructure

Par contre, l'utilisation du SPS afin d'optimiser les alliages TiAl pour les applications à haute température ne consiste pas nécessairement à raffiner la microstructure autant que possible. Par conséquent, l'évolution de la microstructure obtenue par SPS tend vers un équilibre approprié entre les propriétés à température ambiante et les propriétés à haute température.

*Remarque : nous nous sommes permis de citer plusieurs textes y compris dans la suite du manuscrite, nous renvoyons à la bibliographie [1], [3], [4], [5], [6], [7] et [8].*

## Chapitre 3

# Modélisation par la Méthode des Éléments Finis

Dans ce chapitre nous présentons la modélisation par la Méthode des Éléments Finis (MEF) a fin de contrôler la température dans le SPS et nous décrivons le code que nous avons utilisé, l'approximation des températures simulées aux expérimentales du SPS des machines de la Plateforme National de Frittage Flash (PNF2/CNRS), de Mecacrhome et du Laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne (ICB/CNRS). Enfin, la détermination des paramètres physiques en fonction de la porosité et les paramètres thermo mécaniques du graphite SGL 7710.

### 3.1. Contrôle de la température dans le SPS

Molénat et coll. [9] pensent que la compaction de la poudre par SPS est chaque jour plus employée. Par contre, il y a une difficulté dans le contrôle de la température de l'échantillon pendant le compactage. Avec l'aide de la méthode des éléments finis (MEF) notre équipe a calculé les températures, lesquelles sont comparées avec les expérimentales. Les résultats obtenus donnent des différences entre les températures calculées par ordinateur et les expérimentales de moins de 5%. Ces calculs avec les méthodes d'éléments finis sont donc un outil pour sélectionner les bonnes températures de contrôle de la machine de SPS.

Une grande différence de température peut être générée quand le volume de la poudre est grand ou complexe. Comment est-il possible de connaître la température à l'intérieur ? Un pyromètre mesure la température de la paroi extérieure du moule. En plaçant des thermocouples dans des trous à différentes profondeurs, la température intérieure peut être mesurée. Par contre, introduire un thermocouple est un processus destructif. La mesure indirecte peut être employée en observant les transformations de phase. Mais ce procédé manque de précision et il est possible seulement pour déterminer la température d'une transformation de phase précise. D'autres limitations existent : la température de transformation de phase est connue pour la configuration d'équilibre, par contre le frittage SPS est un processus qui a lieu hors de l'équilibre ; cette approximation a besoin de matériaux avec transformation de

phase. Pour se rapprocher de la température de contrôle, une solution peut être de comparer les températures calculées et les expérimentales, de cette façon nous disposons d'un outil pour pouvoir choisir la bonne température de contrôle de la machine SPS, quelle que soit la géométrie ou la poudre.

## 3.2. Description du code

### 3.2.1. Introduction

Nous avons employé le code COMSOL Multiphysics pour réaliser nos calculs. Le code permet des applications comme : la définition de la géométrie, la définition des physiques utilisées, le maillage, la résolution, puis la visualisation des résultats.

Le modèle mis en place est rapide, pour des applications allant de l'écoulement des fluides et de transfert de chaleur à la mécanique des structures et des analyses électromagnétiques. Les propriétés des matériaux, et les conditions aux limites peuvent être fonction des variables comme la température ou ...

Il y a également la possibilité de choisir différentes physiques et de définir les interdépendances. Nous pourrions également spécifier nos propres équations aux dérivées partielles et les lier avec d'autres équations et de la physique.

### 3.2.2. Module de transfert de chaleur

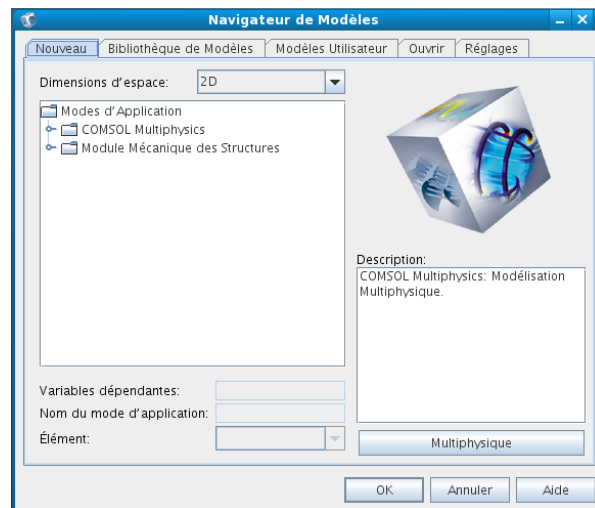
Presque tous les processus de fabrication et de conception du produit doit tenir compte de l'effet des fluctuations thermiques. Le module de transfert thermique offre une combinaison de capacités de simulation de transfert de chaleur par conduction, convection et rayonnement, ainsi que la possibilité de coupler à d'autres physiques. Avec des conditions aux limites pour décrire les effets radiatifs et convectifs, la résistance de contact, ainsi que des coques minces hautement conductrices. Comme toutes les propriétés du matériau sont fonction de la température, nous pouvons concevoir un modèle thermique couplé à n'importe quel autre modèle physique.

Grâce à ces caractéristique nous avons modélisé la procède SPS de nos modèles. Nous avons combiné le milieu conducteur avec le transfert de chaleur par conduction pour modéliser un couplage électrothermique comme le chauffage par effet Joule de façon temporelle.

### 3.2.3. Mode opératoire

- **Démarrage**

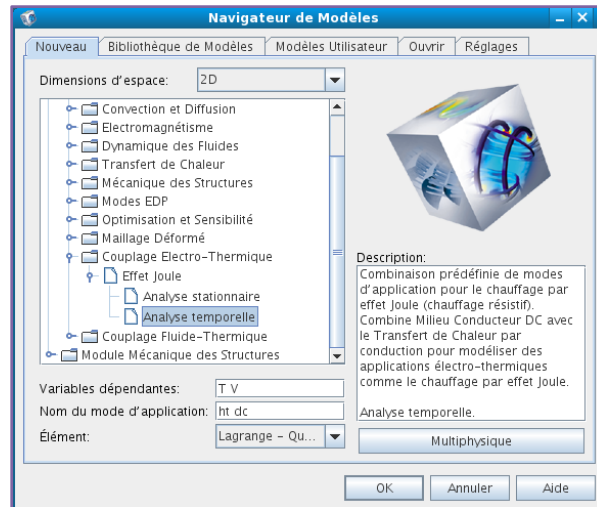
Nous lançons le logiciel COMSOL Multiphysics, au démarrage du logiciel, le navigateur de modèles apparaît (Figure 3.1.). C'est lui qui permettra de définir le ou les modèles physiques qui seront utilisés. C'est aussi ici que la dimension de l'espace est choisie (2D, 2D axisymétrique, 3D...). Pour chacun des modèles, il est précisé quelles sont les variables.



**Figure 3.1.** Navigateur de Modèles choix des dimensions d'espace

- **Choix du modèle**

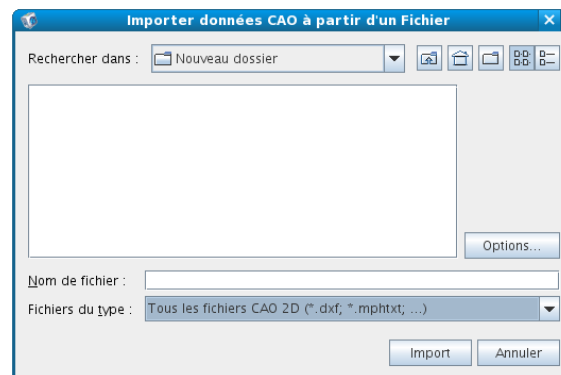
Nous pouvons choisir parmi nombreux modules (Figure 3.2.) comme par exemple l'acoustique, la convection et la diffusion, électromagnétisme. Nous choisissons l'effet Joule par analyse temporelle qui se trouve dans le menu couplage électrothermique.



**Figure 3.2.** Navigateur de Modèles choix du modèle

- **Géométrie**

La première chose à faire une fois le programme ouvert est de dessiner la géométrie de notre système, grâce au menu géométrie, où nous trouvons les suivantes applications bloc, cône, cylindre, ellipsoïde, sphère, point, ligne ou créer un objet composite, entre autres. Nous pouvons également aller sur le menu fichier pour importer une géométrie (Figure 3.3.) dessinée par CAO, de cette façon nous avons la possibilité de dessiner plus rapidement notre modèle avec des logiciels spécifiques.

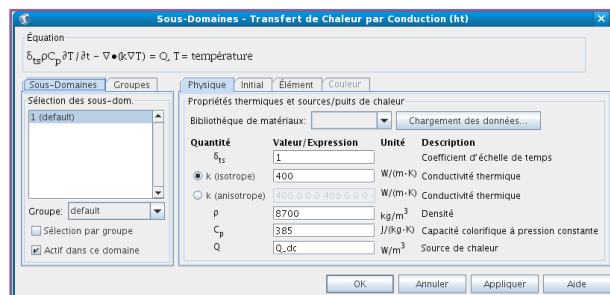


**Figure 3.3.** Importer des données CAO à partir d'un Fichier

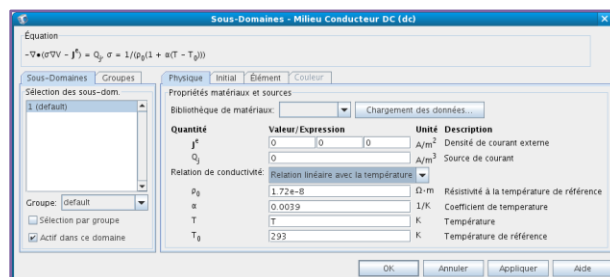


- **Introduction des propriétés des domaines**

Le but est ici de définir les paramètres physiques qui définissent le domaine. D'une part, nous devons remplir les propriétés du matériau se référant au transfert de chaleur par conduction (Figure 3.4.), comme la conductivité thermique, densité ou capacité calorifique à pression constante, d'autre part, celles se rapportant au milieu conducteur (Figure 3.5.), comme la résistivité à la température de référence, le coefficient de température... Nous devons pour cela cliquer sur le menu multi physique et choisir le transfert de chaleur par conduction ou le milieu conducteur, et après cliquer sur sous-domaine.



**Figure 3.4.** Sous-Domains – Transfert de Chaleur par Conduction (ht)

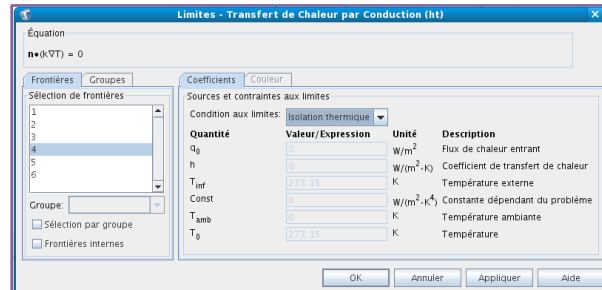


**Figure 3.5.** Sous-Domains – Milieu Conducteur DC (dc)

- **Introduction des conditions aux limites**

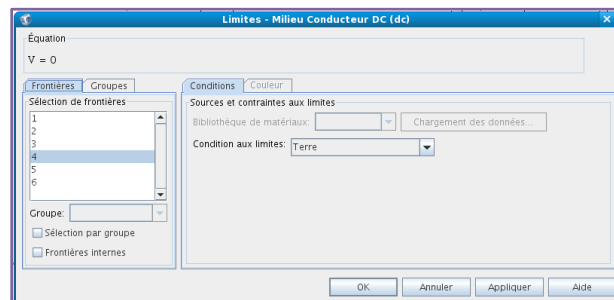
Pour résoudre le problème, il est nécessaire de définir un certain nombre de conditions aux limites cohérentes. Les options seront différentes suivant qu'il s'agisse au non d'une frontière intérieure au système. Ces conditions pour le transfert de chaleur par conduction (Figure 3.6.) sont les suivantes: flux de chaleur, isolation thermique ou température; et pour le milieu conducteur (Figure 3.7.), nous pouvons choisir entre ligne de courant électrique, courant entrant, isolation électrique, potentiel électrique ou terre...

Pour nos modèles SPS, ces sont les conditions aux limites pour le transfert de chaleur ; les surfaces supérieures et inférieures se trouvent en contact avec les électrodes qui appliquent la tension, les surfaces horizontales se compensent du point de vue de la radiation, et les surfaces verticales et la feutrine émettent chaleur par radiation avec leur coefficient d'émissivité.



**Figure 3.6.** Limites - Transfert de Chaleur par Conduction (ht)

Ces sont les conditions aux limites pour le milieu conducteur : la couche inférieure est à terre, dans la couche supérieure nous appliquons le potentiel électrique, et les couches horizontales et verticales sont isolées électriquement.



**Figure 3.7.** Limites – Milieu Conducteur DC (dc)

- Maillage des domaines**

Nous utilisons le maillage automatique des domaines (Figure 3.8.). Il est possible de le raffiner globalement ou de manière localisé.

Après avoir introduit toutes les conditions, nous allons sur le menu maillage, et nous sélectionnons initialiser le maillage. En outre, il est possible de le faire directement sur son icône en forme de triangle (Figure 3.9.).

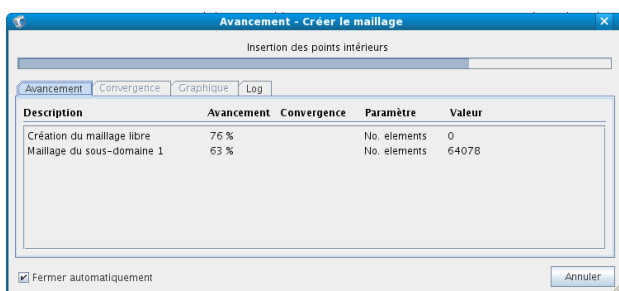


**Figure 3.8.** Augmenter ou diminuer la taille du maillage

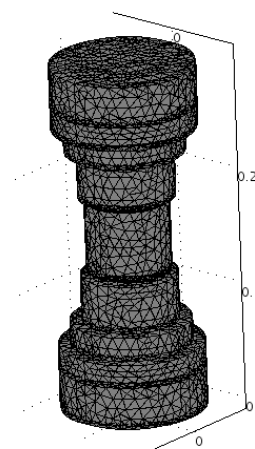


**Figure 3.9.** Initialiser le maillage ou le raffiner

Après avoir initialisé le maillage, il apparaît une barre (Figure 3.10.) qui nous informe sur le pourcentage du maillage, à la fin, notre modèle apercevra maillé (Figure 3.11.) avec des petits triangles.



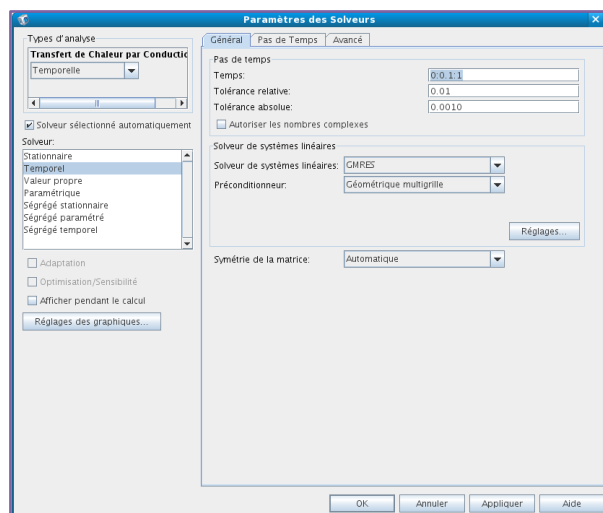
**Figure 3.10.** Avancement – Créer le maillage



**Figure 3.11.** Modèle maillé

### • Résolution du problème

Lorsque le problème est complètement défini, il ne reste plus qu'à le résoudre. Il est possible d'accéder à des menus pour paramétrer la résolution (Figure 3.12.). Nos modèles ont une durée de 900s qui correspond avec la durée du SPS et nous les résolvons avec le système linéaire Direct (PARDISO).



**Figure 3.12.** Paramètres des Solveurs

Pour résoudre notre modèle, nous allons sur le menu résoudre et nous sélectionnons résoudre le problème, soit directement sur son icône. Ensuite, il apparaît une barre (Figure 3.13.) qui nous informe sur le pourcentage de la résolution, à la fin, il apparaîtra notre modèle résolu (Figure 3.14.) avec sa distribution de températures.

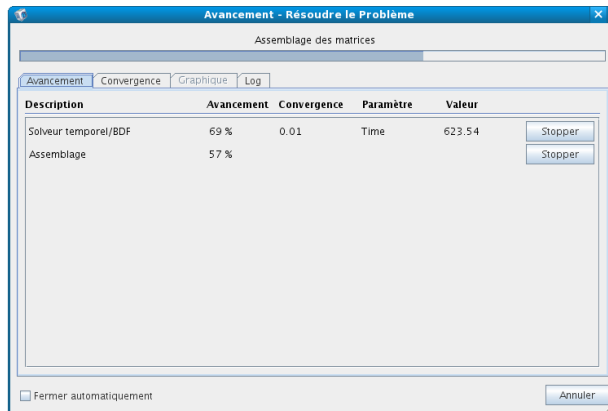


Figure 3.13. Avancement – Résoudre le problème

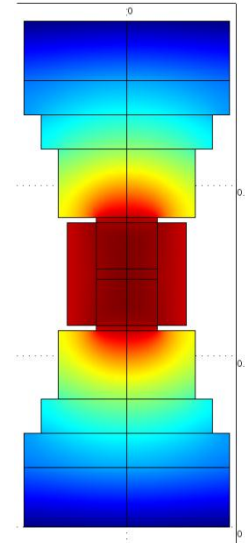


Figure 3.14. Modèle résolu

- **Analyse des résultats**

Lorsque le programme a convergé vers une solution, nous pouvons basculer vers postprocessing puis la fenêtre paramètres de section (Figure 3.15.), qui permet d'analyser les résultats.

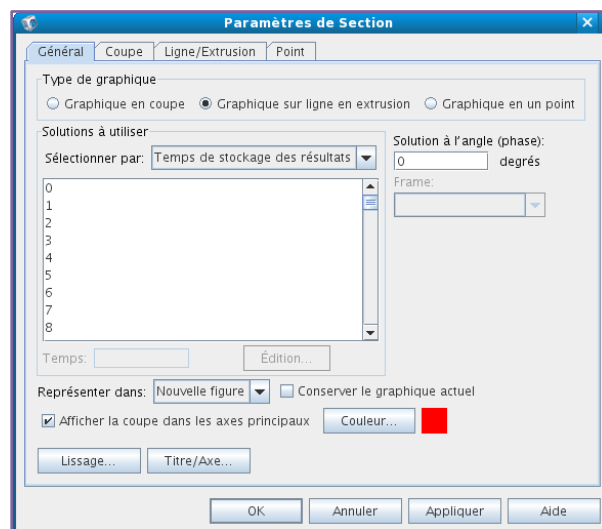
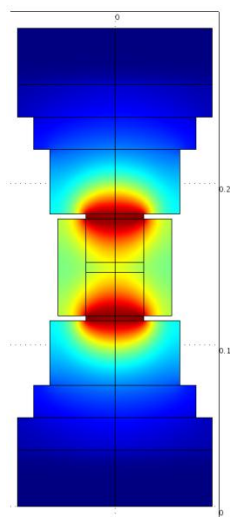
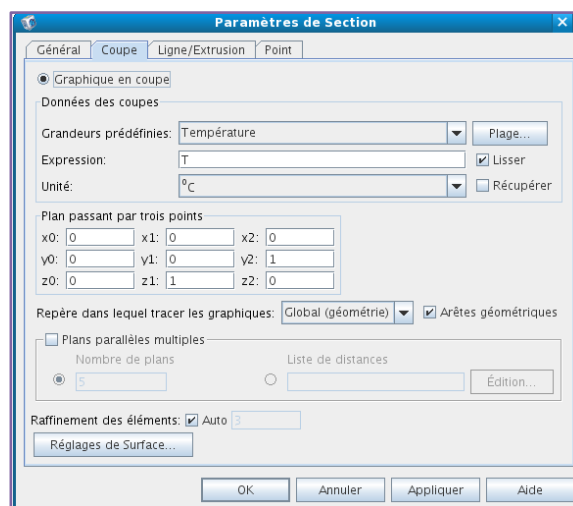


Figure 3.15. Paramètres de section – Général

Pour connaître les résultats de notre modèle, nous obtenons des graphiques en coupe (Figure 3.16.), dans l'onglet coupe (Figure 3.17.), nous sélectionnons température et un plan vertical pour observer la distribution des températures.



**Fig 3.16.** Graphique en coupe

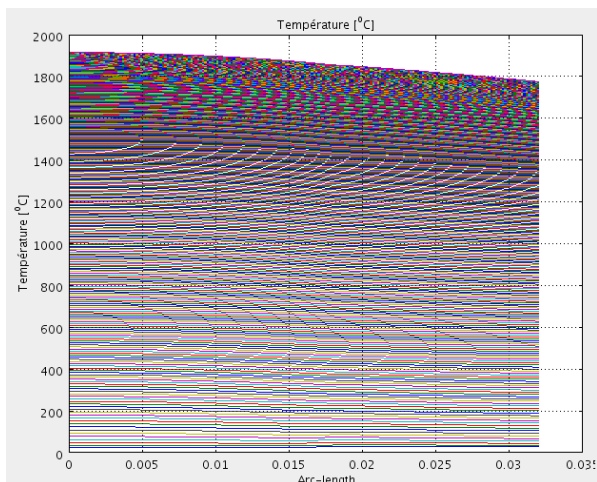


**Fig 3.17.** Paramètres de section – Coupe

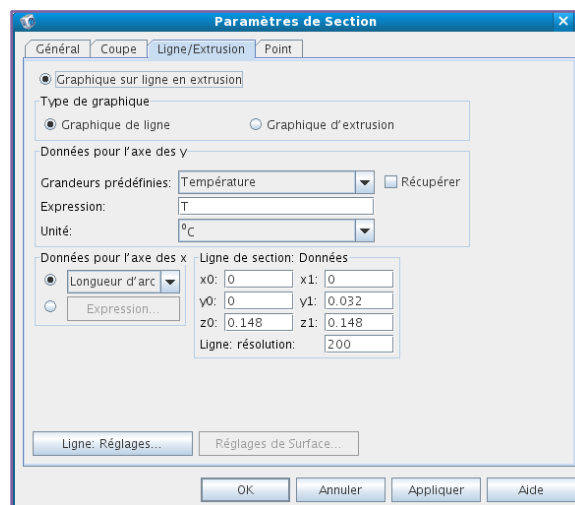
Également, nous obtenons des graphiques en ligne (Figure 3.18.), dans l'onglet ligne/extrusion (Figure 3.19.), nous sélectionnons par exemple température et les coordonnées de la ligne de la pastille ou de la matrice SPS que nous voulons observer, pour nos modèles nous avons employé les suivantes dimensions:

|                   |          | Coeur  | Pyromètre | Bord échantillon |
|-------------------|----------|--------|-----------|------------------|
| <b>Toulouse</b>   | <b>x</b> | 0      | 0         | 0                |
|                   | <b>y</b> | 0      | 0.032     | 0.018            |
|                   | <b>z</b> | 0.148  | 0.148     | 0.148            |
| <b>Mecacrhome</b> | <b>x</b> | 0      | 0.032     | 0.018            |
|                   | <b>y</b> | 0      | 0         | 0                |
|                   | <b>z</b> | 0.228  | 0.228     | 0.228            |
| <b>Dijon</b>      | <b>x</b> | 0      | 0         | 0                |
|                   | <b>y</b> | 0      | 0.032     | 0.018            |
|                   | <b>z</b> | -0.587 | -0.587    | -0.587           |

**Tableau 3.1.** Cordonnées en mètres de la position du pyromètre et de l'échantillon des machines SPS



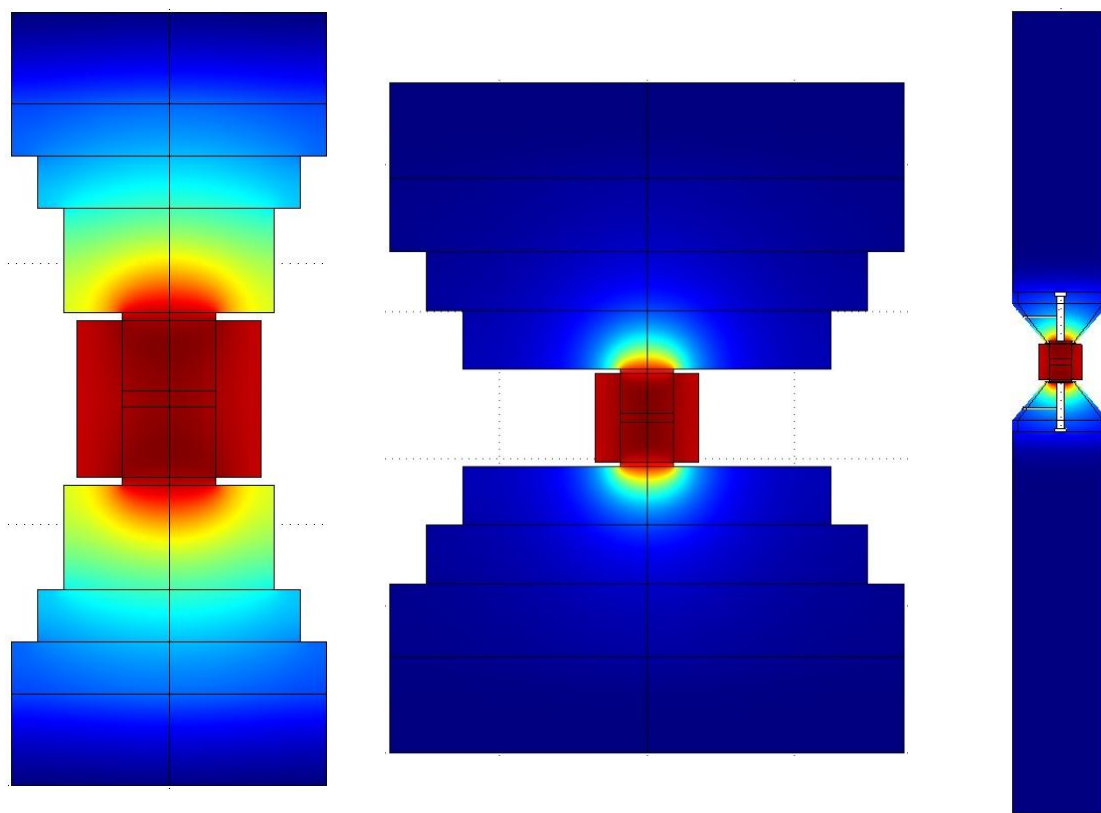
**Figure 3.18.** Graphique de ligne Température – Longueur



**Figure 3.19.** Paramètres de section – Ligne/Extrusion

### 3.3. Comparaison des machines SPS

Nous avons approximé les températures simulées aux expérimentales du SPS, en adaptant les conditions de potentiel et émissivité, des trois machines PNF2/CNRS, Mecachrome et ICB/CNRS (Figure 3.20.) qui ont une conception différente.



**Figure 3.20.** Machines SPS PNF2/CNRS, Mecachrome et ICB/CNRS (l'échantillon a pour les trois modèles un diamètre de 36mm)

Nous rappelons que :

- Les expériences SPS classiques sont d'une durée moyenne d'environ 900s
- Lors des expériences classiques on n'atteint pas l'état stationnaire. Nous avons fait une expérience où nous atteignons l'état stationnaire : elle dure environ une heure
- Les valeurs de tension et intensité données par la machine SPS ne correspondent pas à leur valeur efficace
- La tension moyenne varie au cours de l'expérience
- La position P du pyromètre est située à 3 mm du bord extérieur de la matrice et à la même altitude que le cœur de l'échantillon
- La feutrine entourant la matrice a pour effet de diminuer les pertes d'énergie par radiation
- La température du transus fournie par l'ONERA est de 1335°C.

Aussi pour comparer et étalonner les trois machines nous avons procédé comme suit.

Les simulations correspondent à une durée de 900s environ.

Dans un premier temps, pour la machine toulousaine sans feutrine, nous déterminons un pas de temps simulé représentatif de l'état final de l'expérience (fin de la compaction).

Tous se passant comme si la matrice de graphite entourée de feutrine avait une émissivité beaucoup plus faible que celle du graphite, nous avons dans un deuxième temps déterminé une émissivité équivalente  $\epsilon_f$  pour la machine PNF2/CNRS équipée de feutrine et dans un troisième temps nous l'avons appliquée aux machines Mecachrome et ICB/CNRS équipées de feutrine.

### 3.3.1. Détermination du pas simulé représentatif

Pour la machine PNF2/CNRS, nous déterminons le pas de temps simulé représentatif de l'état final de l'expérience sans feutrine comme suit :

- La température simulée au point P est la température mesurée au pyromètre (1215°C) lorsque la température mesurée à cœur est celle du transus (1335°C).
- La température simulée à cœur est la température du transus (1335°C).

La simulation correspondant au pas de temps simulé représentatif et qui comporte un pas de temps simulé stationnaire nous permet alors de définir un coefficient  $x$  quotient entre la température simulée à cœur (1335°C) et celle à cœur du pas simulé stationnaire :

$$x = \frac{T_{\text{onera}}}{T_{\text{à cœur stationnaire}}}$$

Nous pensons que ce  $x$  décrit la physique, c'est-à-dire, l'énergie emmagasinée à la fin de la manipulation car il tient compte du fait que l'on n'atteint pas l'état stationnaire dans l'expérience, que le voltage affiché par la machine SPS n'a pas, pour le moment, de signification physique connue, et que le pas représentatif, et lui seul, donne une répartition de température entre le cœur et le point P semblable à la répartition expérimentale.

Nous allons décrire maintenant la procédure employée pour déterminer  $x$ .

Nous avons fait une première simulation (la toute première avec une différence de potentiel constante de 4.2V appliquée aux bornes du dispositif), et nous avons continué de la façon suivante. Pour une température à cœur simulée de 1335°C si, pour le même pas de calcul, la température simulée au point P (position du pyromètre) était plus grande que 1215°C, nous effectuons une autre simulation en augmentant la valeur du voltage. Par contre, si la température au pyromètre était plus petite que 1215°C, nous diminuons le voltage.

Nous donnons ci-dessous quelques étapes de notre tâtonnement :

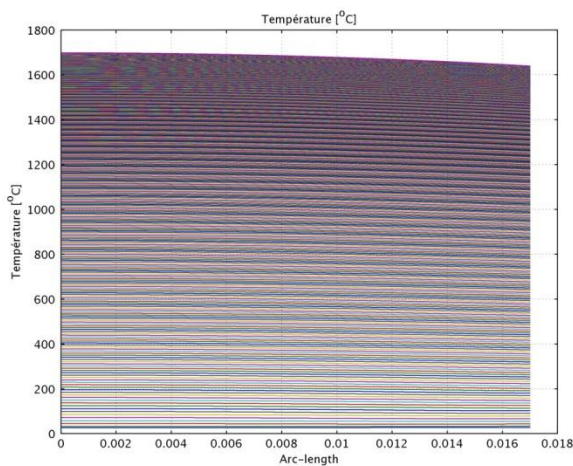
| V          | Tpyro<br>simulée [°C] | Tstationnaire<br>simulée [°C] | X             |
|------------|-----------------------|-------------------------------|---------------|
| 4          | 1291                  | 1698                          | 0.7862        |
| 4.2        | 1286                  | 1758                          | 0.7594        |
| <b>4.4</b> | <b>1217</b>           | <b>1815</b>                   | <b>0.7355</b> |
| 4.6        | 1278                  | 1870                          | 0.7139        |
| 4.8        | 1274                  | 1921                          | 0.695         |

**Tableau 3.2.** PNF2/CNRS sans feutrine (température à cœur 1335°C)

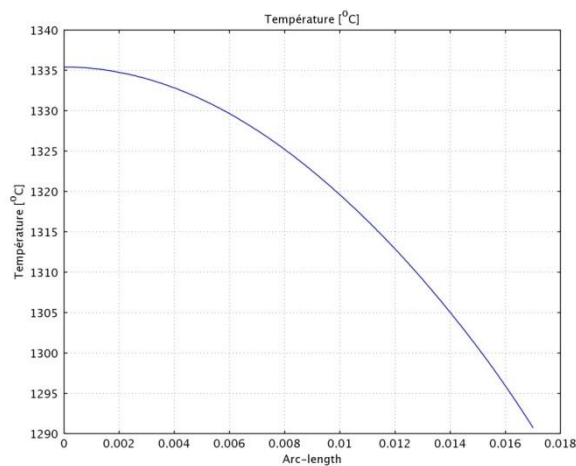
Nous pouvons observer dans les graphiques fournies les pas de calcul de température correspondent à chaque potentiel (Figures de la 3.21. à la 3.30).

Nous avons constaté qu'il existe seulement une simulation (Figures 3.21. et 3.22.) et un pas (en gras) pour lesquels les températures simulées sont à cœur de 1335°C, et au point P d'environ 1215°C : cela correspond à un voltage de 4.4V, et donne  $x = 0.7355$ .

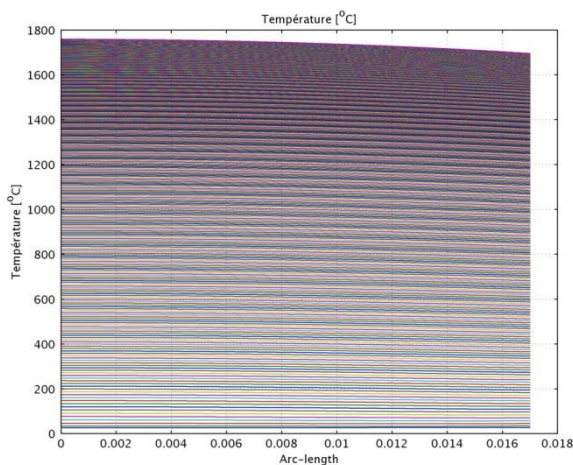




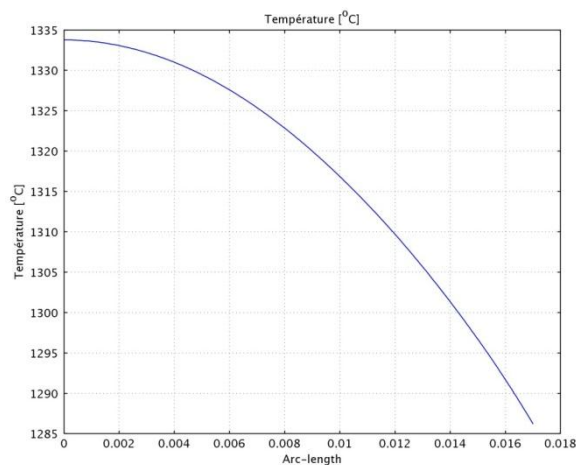
**Figure 3.21.** Température pour différents pas de calcul pour un rayon partant du cœur.  
Machine PNF2/CNRS sans feutrine 4V



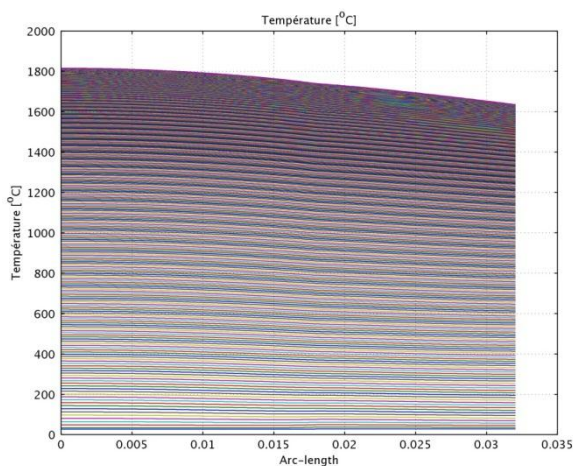
**Figure 3.22.** Pas de calcul de la figure de gauche pour une température à cœur de 1335°C. Machine PNF2/CNRS sans feutrine 4V



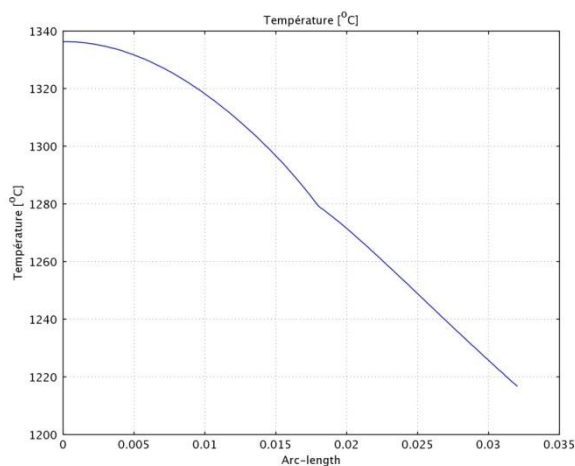
**Figure 3.23.** Température pour différents pas de calcul pour un rayon partant du cœur.  
Machine PNF2/CNRS sans feutrine 4.2V



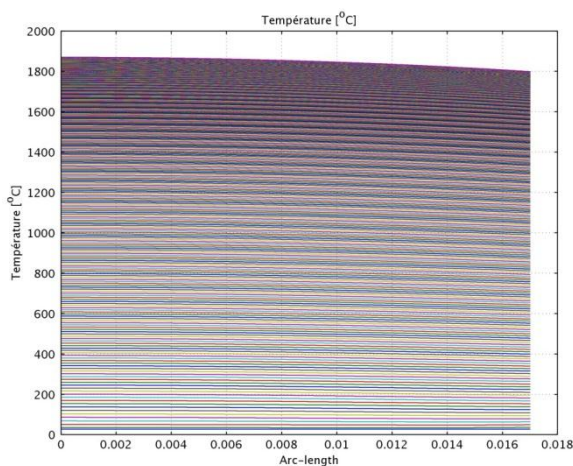
**Figure 3.24.** Pas de calcul de la figure de gauche pour une température à cœur de 1335°C. Machine PNF2/CNRS sans feutrine 4.2V



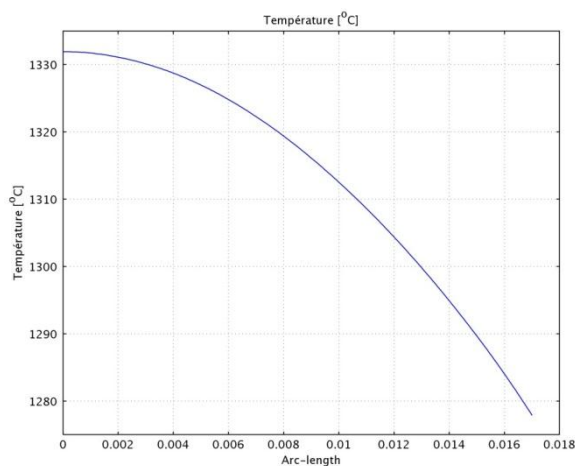
**Figure 3.25.** Température pour différents pas de calcul pour un rayon partant du cœur.  
Machine PNF2/CNRS sans feutrine 4.4V



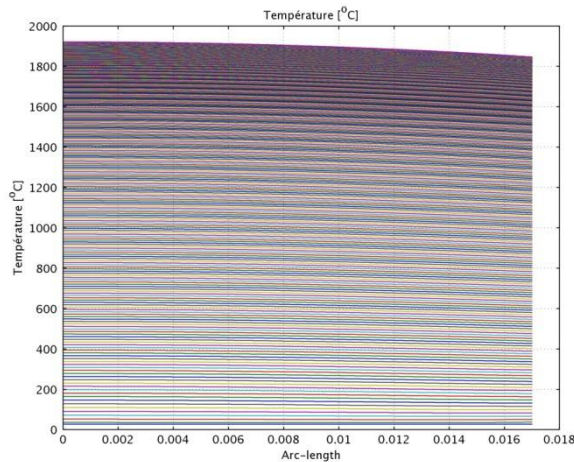
**Figure 3.26.** Pas de calcul représentatif de la figure de gauche pour une température à cœur de 1335°C. Machine PNF2/CNRS sans feutrine 4.4V



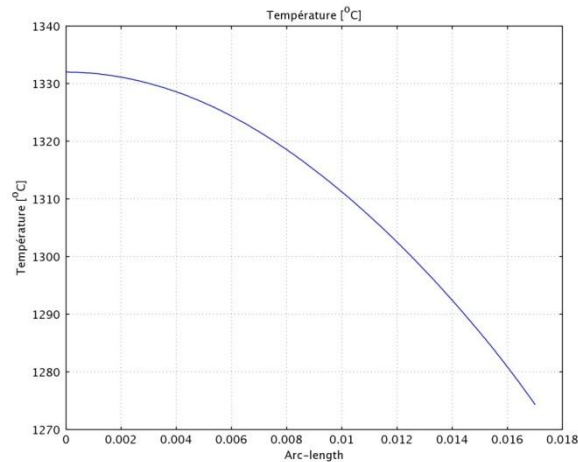
**Figure 3.27.** Température pour différents pas de calcul pour un rayon partant du cœur.  
Machine PNF2/CNRS sans feutrine 4.6V



**Figure 3.28.** Pas de calcul de la figure de gauche pour une température à cœur de 1335°C. Machine PNF2/CNRS sans feutrine 4.6V



**Figure 3.29.** Température pour différents pas de calcul pour un rayon partant du cœur.  
Machine PNF2/CNRS sans feutrine 4.8V



**Figure 3.30.** Pas de calcul de la figure de gauche pour une température à cœur de 1335°C. Machine PNF2/CNRS sans feutrine 4.8V

### 3.3.2. Détermination du coefficient d'émissivité équivalent, $\epsilon_f$

$\epsilon_f$  représente l'émissivité équivalente de la feutrine ; pour la trouver nous avons employé la température expérimentale au pyromètre (1275°C) de la machine PNF2/CNRS obtenue pour une expérience avec feutrine entourant la matrice, pour laquelle la température mesurée à cœur était de 1335°C.

Nous allons décrire la procédure employée pour déterminer  $\epsilon_f$ .

Nous avons effectué une première simulation pour un voltage  $V_1$ , et une émissivité  $\epsilon_1$  ayant des valeurs de 4.4V et 0.5 respectivement.  $V_1$  est la valeur du voltage correspondant à  $x$  trouvé précédemment, et la valeur de l'émissivité est arbitraire.

Nous nous sommes imposé la procédure suivante avec le couple  $V_1, \epsilon_1$  :

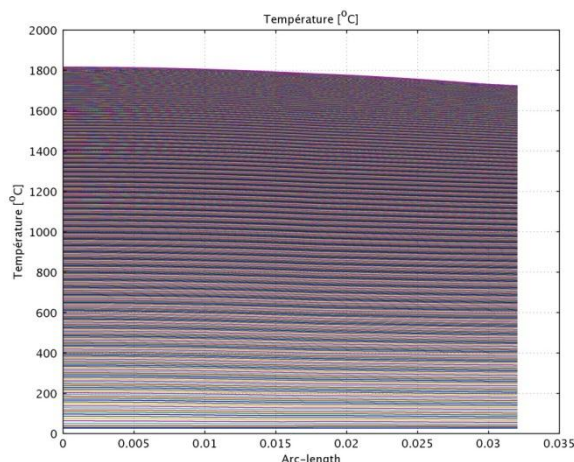
- Si  $x_1$  avait été plus grand que  $x$ , nous devons augmenter le voltage. Par contre, si  $x_1$  avait été plus petit que  $x$ , nous aurions diminué le voltage. Nous avons fait plusieurs simulations jusqu'à trouver un  $x_1 = x$  et ainsi nous avons obtenu un voltage  $V_2$ .
- Pour  $x$  et ce voltage  $V_2$  nous examinons le pas dont la température à cœur simulée était de 1335°C. Si pour ce pas la température simulée au point P (pyromètre) avait été plus petite que 1275°C, nous devons diminuer un peu  $\epsilon_1$ , par contre, si la température simulée au point P avait été plus grande que 1275°C, nous devons augmenter un peu  $\epsilon_1$ . Nous obtenons ainsi un  $\epsilon_2$ .

Nous avons alors repris la procédure précédente avec le couple  $V_2$ ,  $\varepsilon_2$  et ainsi de suite jusqu'à trouver un couple  $V_n$ ,  $\varepsilon_n$  donnant le pas représentatif, donc, le pas caractérisé par  $x = 0.7355$  avec la température simulée à cœur de  $1335^\circ\text{C}$  et la température simulée au point P de  $1275^\circ\text{C}$ . Le coefficient d'émissivité obtenu est alors  $\varepsilon_f = 0.3$ .

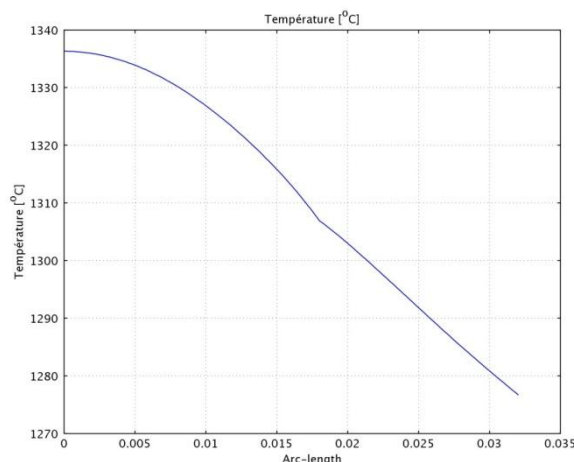
Nous donnons le résultat final de notre tâtonnement (Tableau 3.3. et Figures 3.31. et 3.32.):

| V   | Tpyro<br>expérimentale [ $^\circ\text{C}$ ] | Tpyro<br>simulée [ $^\circ\text{C}$ ] | Tstationnaire<br>simulée [ $^\circ\text{C}$ ] | X      |
|-----|---|---------------------------------------|---|--------|
| 3.6 | 1275  | 1277                                  | 1816  | 0.7351 |

**Tableau 3.3.** PNF2/CNRS avec feutrine (température simulée à cœur  $1335^\circ\text{C}$ )



**Figure 3.31.** Température pour différents pas de calcul pour un rayon partant du cœur. Machine PNF2/CNRS avec feutrine 3.6V



**Figure 3.32.** Pas de calcul représentatif de la figure de gauche pour une température à cœur de  $1335^\circ\text{C}$ . Machine PNF2/CNRS avec feutrine 3.6V

### 3.3.3. Applications aux autres machines

Nous avons simulé les machines Mecachrome et ICB/CNRS, avec cette valeur  $\varepsilon_f = 0.3$  et nous avons fait plusieurs simulations avec différents voltages jusqu'à obtenir la température simulée à cœur égale à la température du transus ( $1335^\circ\text{C}$ ) et avec  $x \approx 0.7355$ . Nous avons ainsi obtenu un pas représentatif pour Mecachrome (Tableau 3.4. et Figures 3.33. et 3.34.) et un pas représentatif pour ICB/CNRS (Tableau 3.5. et Figures 3.35. et 3.36.):



| V   | Tpyro<br>expérimentale [°C] | Tpyro<br>simulée [°C] | Tstationnaire<br>Simulée [°C] | X      |
|-----|-----------------------------|-----------------------|-------------------------------|--------|
| 3.7 | 1289                        | 1272                  | 1810                          | 0.7376 |

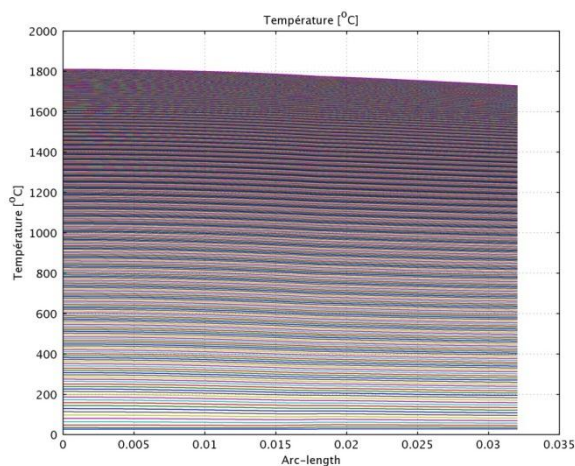
**Tableau 3.4.** Mecachrome (température simulée à cœur 1335°C)

| V   | Tpyro<br>expérimentale [°C] | Tpyro<br>Simulée[°C] | Tstationnaire<br>simulée [°C] | X      |
|-----|-----------------------------|----------------------|-------------------------------|--------|
| 3.6 | 1245                        | 1272                 | 1800                          | 0.7416 |

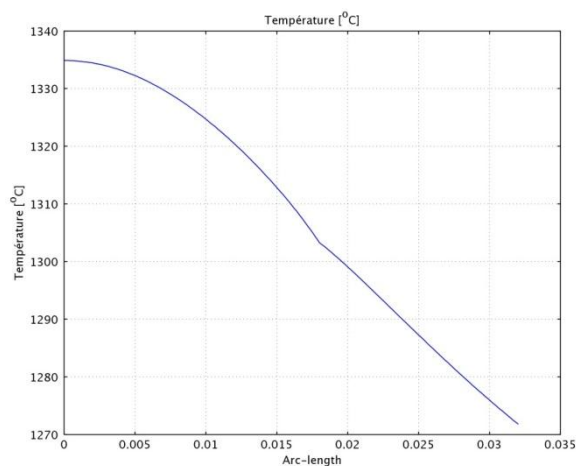
**Tableau 3.5.** ICB/CNRS (température simulée à cœur 1335°C)

Pour Mecachrome l'écart entre les températures à cœur, expérimentale et simulée est de +17°C. Pour ICB/CNRS l'écart entre les températures à cœur, expérimentale et simulée est de -27°C.

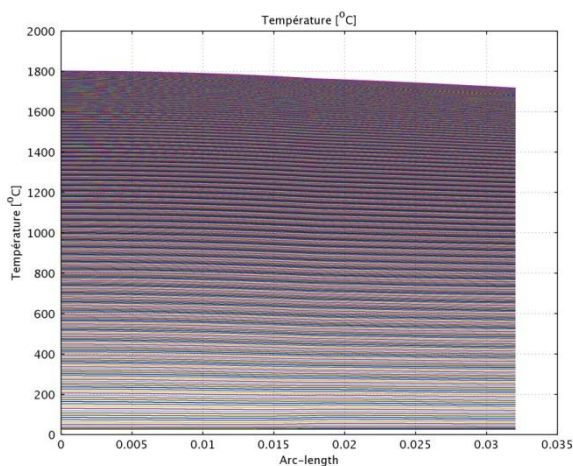
Mais notons qu'il existe une variation de  $\pm 5^\circ\text{C}$  dans la détermination de la température du transus faite par l'ONERA, de  $\pm 15^\circ\text{C}$  dans la température déterminée expérimentalement au cœur, et bien sûr une erreur de mesure au pyromètre due essentiellement à son positionnement.



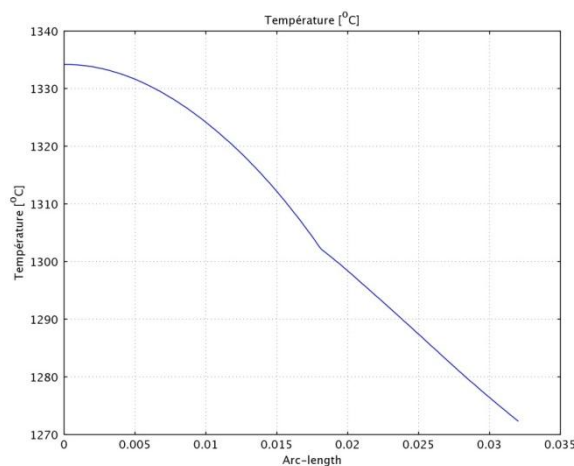
**Figure 3.33.** Température pour différents pas de calcul pour un rayon partant du cœur.  
Machine Mecachrome avec feutrine 3.7V



**Figure 3.34.** Pas de calcul représentatif de la figure de gauche pour une température à cœur de 1335°C. Machine Mecachrome avec feutrine 3.7V



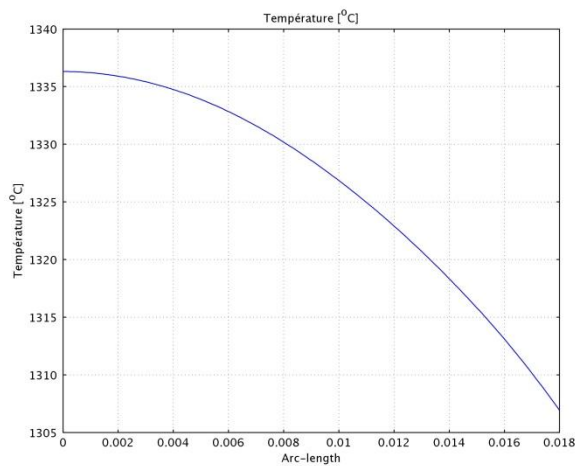
**Figure 3.35.** Température pour différents pas de calcul pour un rayon partant du cœur. Machine ICB/CNRS avec feutrine 3.6V



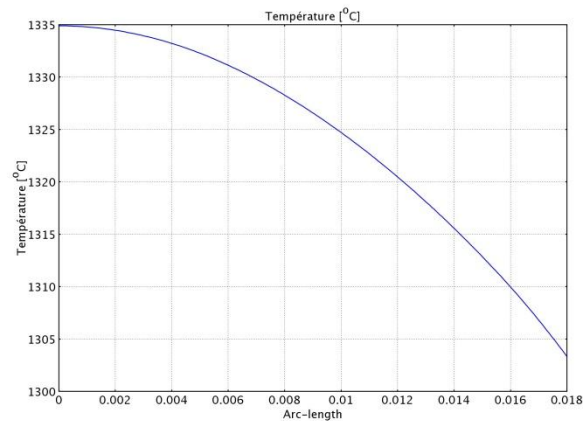
**Figure 3.36.** Pas de calcul représentatif de la figure de gauche pour une température à cœur de 1335°C. Machine ICB/CNRS avec feutrine 3.6V

Nous avons étudié aussi la température simulée au bord de l'échantillon qui est à une distance de 18mm du centre quand nous avons une température simulée à cœur de 1335°C qui correspond à la température du transus. Ces calculs ont été réalisés pour les machines SPS avec feutrine avec une valeur d'émissivité  $\epsilon_f = 0.3$  qui correspond au coefficient que nous avons déterminé avant et aux voltages déterminés aussi avant.

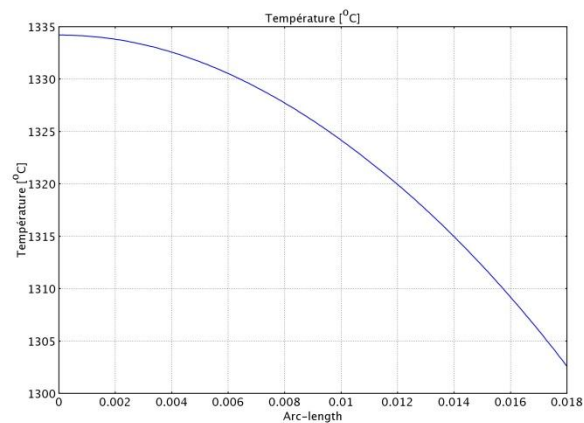
Nous avons trouvé des températures très similaires pour la machine PNF2/CNRS avec 3.6V (Figure 3.37.) la température est de 1307°C, et pour Mecacrhme avec 3.7V (Figure 3.38.) et ICB/CNRS avec 3.6V (Figure 3.39.) la température a une valeur de 1303°C.



**Figure 3.37.** Pas de calcul représentatif entre le centre et le bord de l'échantillon pour une température à cœur de 1335°C. Machine PNF2/CNRS avec feutrine 3.6V



**Figure 3.38.** Pas de calcul représentatif entre le centre et le bord de l'échantillon pour une température à cœur de 1335°C. Machine Mecachrome avec feutrine 3.7V



**Figure 3.39.** Pas de calcul représentatif entre le centre et le bord de l'échantillon pour une température à cœur de 1335°C. Machine ICB/CNRS avec feutrine 3.6V

### 3.3.4. Conclusion

Si l'on tient compte des imprécisions dans la mesure de la température du transus par l'ONERA, de la précision sur la température mesurée de passage du transus dans les trois machines et de l'erreur de mesure du pyromètre, la simulation et l'étalonnage des trois machines sont satisfaisants.

Il serait intéressant d'effectuer une expérience de passage du transus sans feutrine sur les machines Mecachrome et ICB/CNRS et de modéliser ces deux expériences.

## 3.5. Prise en compte de la porosité de l'échantillon

### 3.5.1. Modèle

Les paramètres thermo physiques (densité  $\rho_i$ , capacité thermique  $C_{p,i}$ , conductivité thermique  $k_i$ , et résistivité électrique  $\rho_{el,i}$ ) varient avec la porosité de l'échantillon. Nous admettrons en premier approximation qu'ils sont fonction de la porosité  $\theta$  :

|                               |  |
|-------------------------------|--|
| <b>Densité</b>                | $\rho_{\text{poudre}} = \rho_{\text{solide}} \cdot (1 - \theta)$                       |
| <b>Capacité thermique</b>     | $C_{p,\text{poudre}} = C_{p,\text{solide}} \cdot (1 - \theta)$                         |
| <b>Conductivité thermique</b> | $K_{\text{poudre}} = k_{\text{solide}} \cdot (1 - \frac{3}{2}\theta)$                  |
| <b>Résistivité électrique</b> | $\rho_{el,\text{poudre}} = \rho_{el,\text{solide}} \cdot (1 - \frac{3}{2}\theta)^{-1}$ |

**Tableau 3.6.** Propriétés en fonction de la porosité [11]

Pour connaître la valeur de la constante de porosité d'un échantillon, nous appliquons la relation suivante :

$$\theta = \frac{V_i - V_c}{V_i}$$

$\theta$ , constante de porosité  
 $V_i$ , volume de poudre sans compactée [m<sup>3</sup>]  
 $V_c$ , volume de poudre compactée [m<sup>3</sup>]



### 3.5.2. Porosité pour le modèle de Mecachrome

En appliquant l'équation précédente et en connaissant la hauteur et le diamètre des échantillons, nous avons déterminé la constante de porosité, pour le modèle de Mecachrome et pour différentes expériences (compacté, piston à mi-course) :

| Échantillon                                      | Compacté | Mi-course | Non compacté |
|--|----------|-----------|--------------|
| Hauteur [m]                                      | 0.006    | 0.0075    | 0.009        |
| Diamètre [m]                                     | 0.1      | 0.1       | 0.1          |
| Volume [m³]                                      | 0.0006   | 0.00075   | 0.0009       |
| Constante de porosité de l'échantillon, $\theta$ | 0        | 0.2       | 0.3          |

**Tableau 3.7.** Dimensions de l'échantillon et constante de porosité pour le modèle de Mecachrome

## 3.6. Détermination des paramètres thermo mécaniques du graphite SGL 7710

Nous avons calculé les équations, en fonction des températures des propriétés nécessaires pour réaliser les calculs, du graphite SGL 7710, à partir des graphiques fournies par Mecachrome.

### 3.6.1. Propriétés

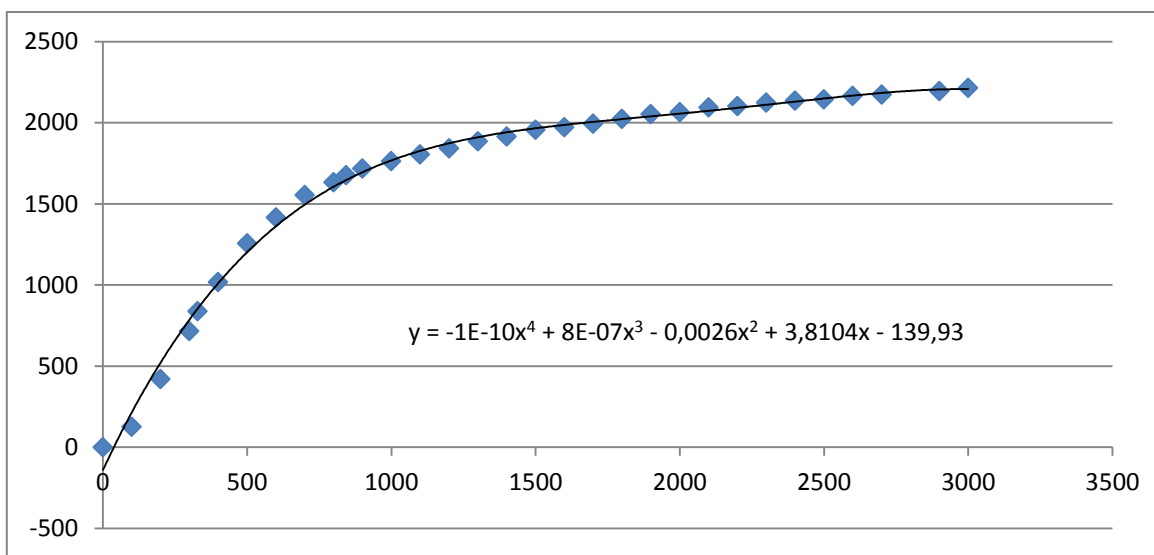
Dans le tableau ci-dessous nous trouvons les propriétés du graphite SGL 7710 en fonction de la température :

|  |  |
|--|--|
| <b>Capacité thermique</b><br>$C_p$ (J·kg <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )        | $-1E-10x^4 + 8E-07x^3 - 0,0026x^2 + 3,8104x - 139,93$                      |
| <b>Conductivité thermique</b><br>$\lambda$ (W·m <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> ) | $-3E-17x^6 + 1E-13x^5 - 1E-10x^4 - 2E-08x^3 + 0,0001x^2 - 0,0806x + 76,79$ |
| <b>Résistivité électrique</b><br>$\rho_e$ (Ω·m)                                  | $-3E-24x^6 + 2E-20x^5 - 4E-17x^4 + 4E-14x^3 - 1E-11x^2 - 9E-09x + 1E-05$   |
| <b>Densité</b><br>$\rho$ (kg·m <sup>-3</sup> )                                   | 1880   |

**Tableau 3.8.** Propriétés du graphite SGL 7710 en fonction de la température

### 3.6.2. Capacité thermique

Ci-dessous nous donnons la graphique et les valeurs de la température correspondants à la capacité thermique du graphite SGL 7710, que nous avons calculées :



**Figure 3.40.** Graphique température [K] - capacité thermique [J·kg⁻¹·K⁻¹] du graphite SGL 7710

| Température [K] | Capacité thermique<br>[J·kg⁻¹·K⁻¹] |
|-----------------|------------------------------------|
| 0               | 0                                  |
| 100             | 125,6                              |
| 200             | 418,68                             |
| 300             | 715,94                             |
| 329             | 837,36                             |
| 400             | 1017,39                            |
| 500             | 1256,04                            |
| 600             | 1415,14                            |
| 700             | 1553,3                             |
| 800             | 1632,85                            |
| 843             | 1674,72                            |
| 900             | 1716,59                            |
| 1000            | 1762,64                            |
| 1100            | 1804,51                            |
| 1200            | 1842,19                            |
| 1300            | 1884,06                            |

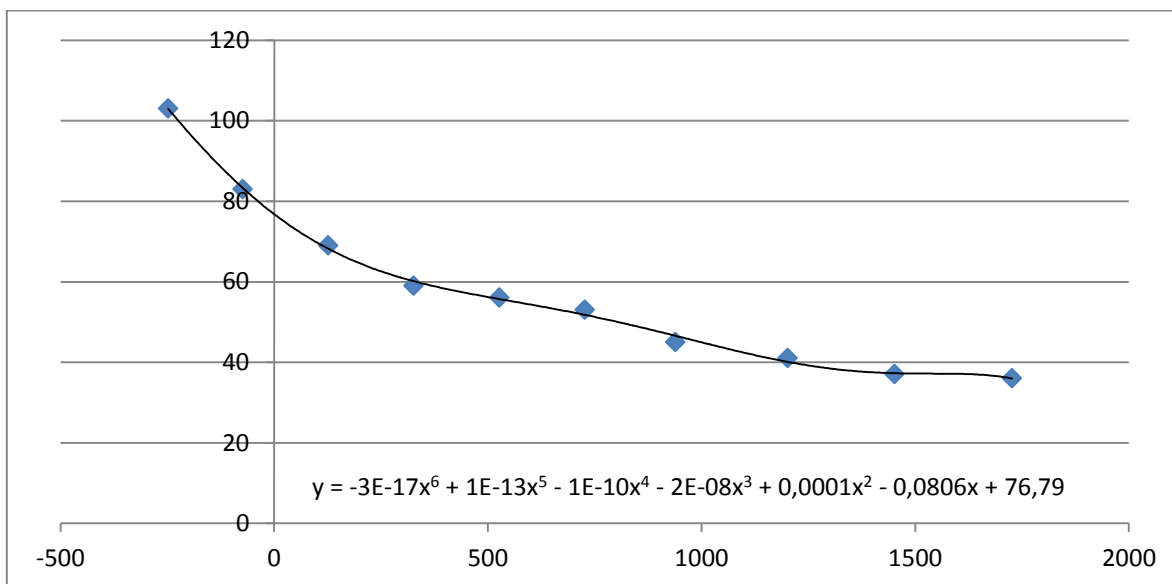
|      |         |
|------|---------|
| 1400 | 1913,37 |
| 1500 | 1955,24 |
| 1600 | 1971,98 |
| 1700 | 1992,92 |
| 1800 | 2022,22 |
| 1900 | 2051,53 |
| 2000 | 2064,09 |
| 2100 | 2093,4  |
| 2200 | 2101,77 |
| 2300 | 2122,71 |
| 2400 | 2135,27 |
| 2500 | 2143,64 |
| 2600 | 2164,58 |
| 2700 | 2172,95 |
| 2900 | 2193,88 |
| 3000 | 2214,82 |

**Tableau 3.9.** Valeurs température-capacité thermique du graphite SGL 7710

Nous avons gardé tous les chiffres significatifs pour des raisons des calculs ultérieures.

### 3.6.3. Conductivité thermique

Ci-dessous nous donnons la graphique et les valeurs de la température correspondants à la conductivité thermique du graphite SGL 7710, que nous avons calculées:



**Figure 3.41.** Graphique température [K] - conductivité thermique [W·m<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup>] du graphite SGL 7710

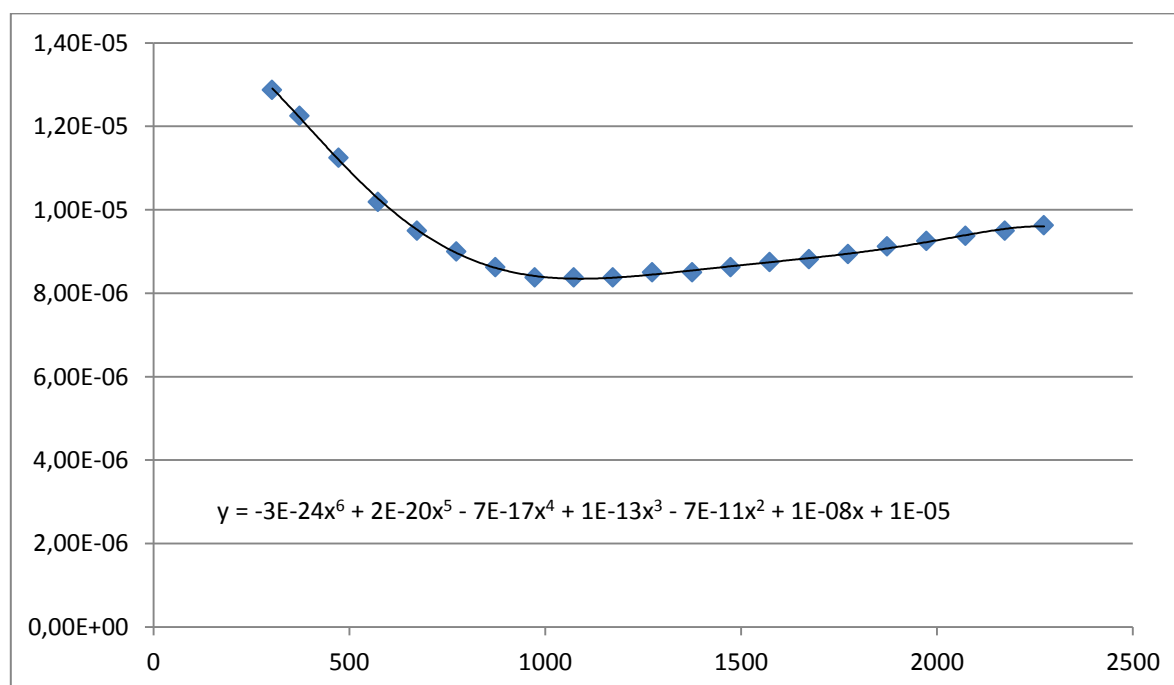
| Température<br>[K] | Conductivité thermique<br>[W·m <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> ] |
|--------------------|---|
| -248,15            | 103   |
| -73,15             | 83  |
| 126,85             | 69  |
| 326,85             | 59  |
| 526,85             | 56  |
| 726,85             | 53  |
| 939,35             | 45  |
| 1201,85            | 41  |
| 1451,85            | 37  |
| 1726,85            | 36  |

**Tableau 3.10.** Valeurs température-conductivité thermique du graphite SGL 7710

Nous avons gardé tous les chiffres significatifs pour des raisons des calculs ultérieures.

### 3.6.4. Résistivité électrique

Ci-dessous nous donnons la graphique et les valeurs de la température correspondants à la résistivité électrique du graphite SGL 7710, que nous avons calculées:



**Figure 3.42.** Graphique température [K] - résistivité électrique [Ω·m] du graphite SGL 7710

| Température<br>[K] | Résistivité électrique<br>[Ω·m] |
|--------------------|---------------------------------|
| 303,15             | 12,875e-6                       |
| 373,15             | 12,25e-6                        |
| 473,15             | 11,25e-6                        |
| 573,15             | 10,1875e-6                      |
| 673,15             | 9,5e-6                          |
| 773,15             | 9e-6                            |
| 873,15             | 8,625e-6                        |
| 973,15             | 8,375e-6                        |
| 1073,15            | 8,375e-6                        |
| 1173,15            | 8,375e-6                        |
| 1273,15            | 8,5e-6                          |
| 1375,15            | 8,5e-6                          |
| 1473,15            | 8,625e-6                        |
| 1573,15            | 8,75e-6                         |
| 1673,15            | 8,8125e-6                       |
| 1773,15            | 8,9375e-6                       |
| 1873,15            | 9,125e-6                        |
| 1973,15            | 9,25e-6                         |
| 2073,15            | 9,375e-6                        |
| 2173,15            | 9,5e-6                          |
| 2273,15            | 9,625e-6                        |

**Tableau 3.11.** Valeurs température-résistivité électrique du graphite SGL 7710

Nous avons gardé tous les chiffres significatifs pour des raisons des calculs ultérieures.

*Remarque : nous nous sommes permis de citer plusieurs textes y compris dans la suite du manuscrite, nous renvoyons à la bibliographie [9], [10] et [11].*

## Chapitre 4

# Caractérisation microstructurale et mécanique

Dans ce chapitre nous avons étudié micro-structuralement et mécaniquement des échantillons obtenus par SPS avec la machine toulousaine de la Plateforme Nationale de Frittage Flash (PNF2/CNRS) et pour différentes poudres de l'alliage TiAl. Pour la caractérisation microstructurale nous avons employé le microscope électronique à balayage (MEB), nous expliquons la préparation des échantillons grâce au polissage mécanique. Pour caractériser mécaniquement les échantillons nous avons réalisés des essais de dureté Vickers, afin d'étudier la relation entre dureté et microstructure.

## 4.1. Microscope électronique à balayage

### 4.1.1. Principe et équipement

L'observation du microrelief d'une surface est impossible à fort grossissement avec un microscope optique conventionnel. En effet, le pouvoir séparateur est limité à environ  $0,2\mu\text{m}$  et au grossissement maximal de 1500, la profondeur de champ est limitée à environ  $1\mu\text{m}$ . Tous deux dépendent de la longueur d'onde des rayonnements visibles et de l'ouverture numérique du faisceau et ne peuvent être améliorées. C'est pourquoi s'est développée l'idée de former une image d'un échantillon à partir :

- Soit d'un faisceau d'électrons suffisamment accélérées pour que la longueur d'onde associée soit inférieure au nanomètre (microscope électronique en transmission)
- Soit d'un pinceau d'électrons très fin presque parallèle qui balaye l'échantillon et permet à partir des électrons secondaires émis de former une image point par point (microscopie électronique par balayage).

Couramment, un microscope électronique à balayage (MEB) permet d'observer la topographie de la surface d'un échantillon massif, en donnant l'impression d'une vision en relief avec :

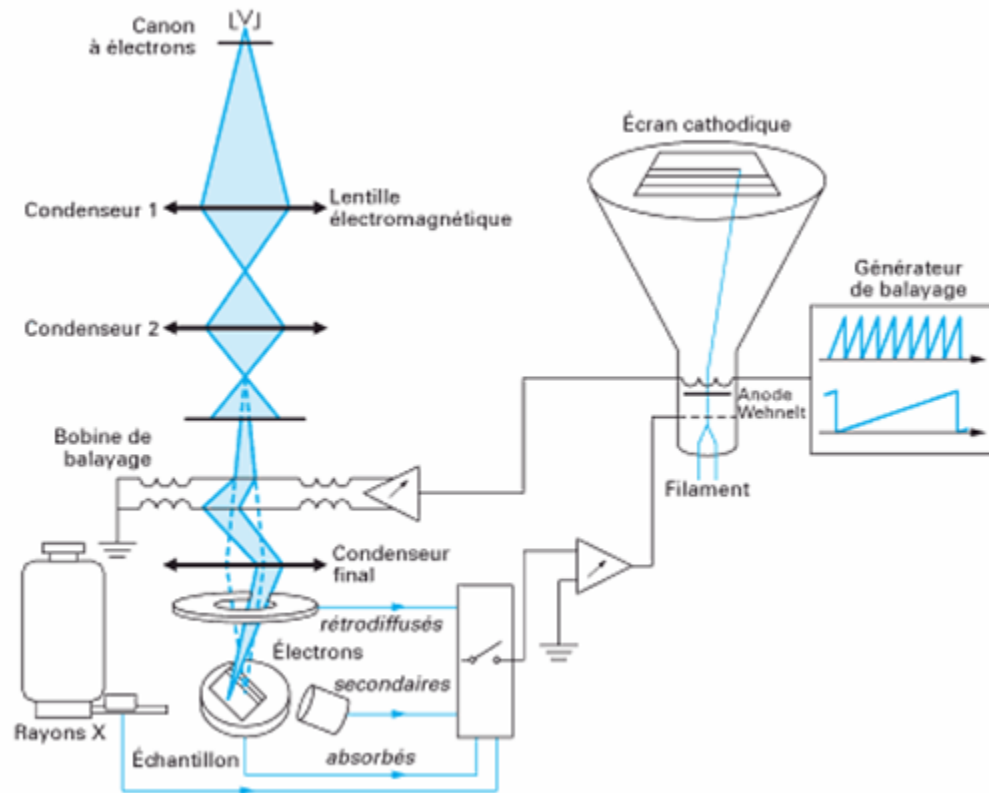
- Un pouvoir de résolution latéral de l'ordre de 3 à 10nm (et même voisin ou inférieur à 1nm avec les sources d'électrons par émission de champ)
- Un grandissement efficace de 10000 à 40000 (et de 100000 en émission de champ)
- Une profondeur de champ pouvant varier de plusieurs centimètres à faible grandissement à quelques micromètres au grandissement maximal.

Il permet également, à partir des autres types de contraste issus des interactions électrons-matière, d'obtenir des observations complémentaires (analytiques, cristallographiques, magnétiques et électriques) sur la surface observée.

Typiquement, comme le schématise la figure suivante (Figure 4.1.), un microscope électronique à balayage est constitué de :

- Une colonne maintenue sous un vide suffisant (secondaire et éventuellement ionique au niveau du canon)
- Une source d'électrons
- Un dispositif de haute tension, accélérateur des électrons
- Un ensemble de lentilles électroniques (les condenseurs) destiné à former un pinceau fin et intense
- Un condenseur final (appelé généralement objectif) et un diaphragme de petit diamètre qui permet de focaliser sur la surface à examiner une fin de pinceau d'électrons presque parallèle
- Un dispositif de déflexion piloté par un générateur de balayage
- Un platine porte-objet mobile
- Un détecteur d'électrons (principalement secondaires) et un dispositif d'amplification du signal, rapide et à faible bruit
- Un système de visualisation d'image couplée de manière synchrone au même générateur de balayage

On y adjoint souvent un détecteur d'électrons rétrodiffusés et un détecteur de rayons X, plus rarement un détecteur d'électrons absorbés et un détecteur de photons de cathodoluminescence.



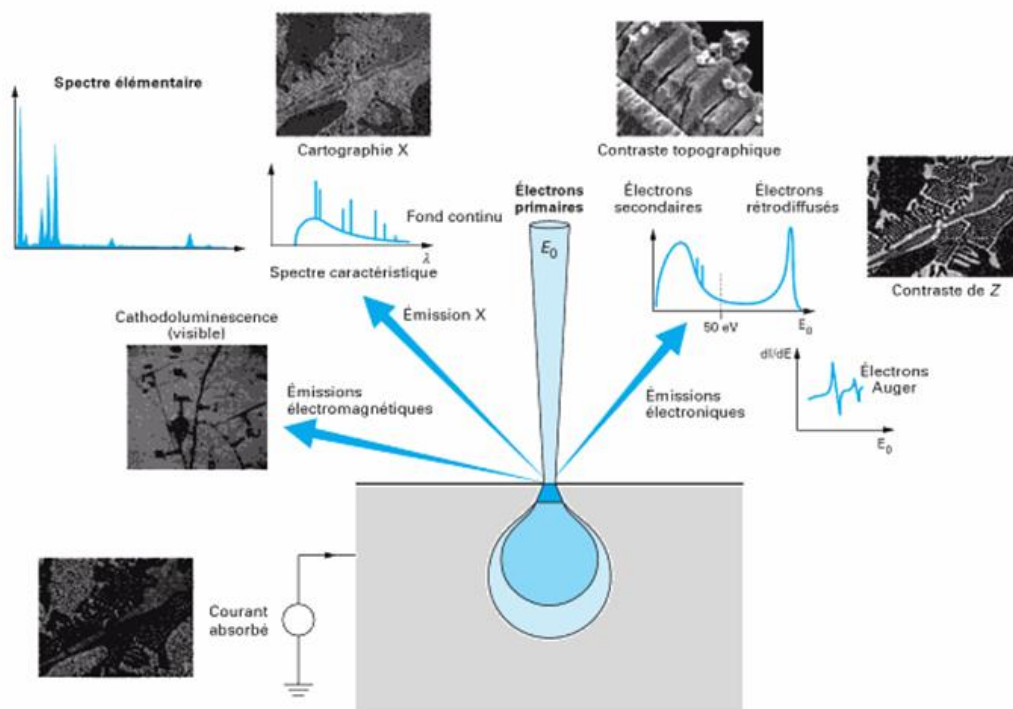
**Figure 4.1.** Schéma de principe d'un microscope électronique à balayage [12]

### 4.1.2. Interactions électron-matière

Lorsqu'un faisceau électronique d'énergie pénètre dans un échantillon solide, il subit un certain nombre d'interactions (Figure 4.2.), élastiques et inélastiques. Les interactions inélastiques provoquent une perte progressive de son énergie, pour une grande part par transfert aux électrons des orbitales atomiques et pour une moindre part par perte radiative lors de l'interaction avec le noyau. Les interactions élastiques, principalement avec le noyau, induisent en outre des variations plus ou moins brutales de la direction des électrons incidents. La résultante de ces interactions induit pour chaque électron une trajectoire électronique, de longueur finie et de forme aléatoire.

Par simulation numérique, suivant une méthode de Monte Carlo qui modélise les chocs aléatoires de l'électron incident avec les atomes de la cible, il est possible de visualiser des exemples de ces trajectoires.





**Figure 4.2.** Principales émissions électroniques et électromagnétiques dues aux interactions d'un faisceau d'électrons avec un échantillon [12]

Ces interactions conduisent globalement aux émissions suivantes :

- **Électronique rétrodiffusée :** constituée d'électrons primaires qui, après avoir subi un certain nombre de chocs élastiques avec les noyaux atomiques et inélastiques avec les électrons orbitaux, retrouvent la surface et ressortent de la cible.
- **Électronique secondaire :** de faible énergie (typiquement de l'ordre de 10 eV) : celle-ci résulte soit de l'émergence d'électrons primaires très fortement ralentis par des chocs inélastiques, soit plus généralement de l'éjection d'électrons (principalement de valence) arrachés aux atomes par ionisation.
- **Électrons Auger :** due à un mécanisme de désexcitation Auger après ionisation et constituée d'électrons d'énergie caractéristique de l'élément chimique excité.
- **Électrons absorbés :** principalement constitués des électrons primaires qui ne se sont pas échappés et qui sont généralement évacués vers la masse ; mais aussi de courant induit dans les semi-conducteurs. Ce courant absorbé est à l'origine des phénomènes de charges dans les isolants.

- **Cathodoluminescence** : Une émission d'un rayonnement électromagnétique situé dans le visible ou proche du visible, dans le cas de phase isolantes ou semi-conductrices.
- **Rayons X** : Une émission de photons très énergétiques. Ils forment d'une part un spectre continu issu du freinage des électrons incidents dans le champ électrique du noyau et d'autre part une émission caractéristique de chaque espèce d'atomes présents, issue de leur ionisation par les électrons incidents.
- **Faisceau électronique transmis** : Si l'échantillon est suffisamment mince.

### 4.1.3. Equipement employé

- **Caractéristiques**

Nous avons employé ce modèle de MEB JEOL JSM-6490 (Figure 4.3). C'est un microscope électronique à balayage de haute performance avec une résolution de 3.0nm. Le mode de faible vide qui peut être réalisé pour le clic d'une souris, permet l'observation de spécimens qui ne peuvent pas être observés à vide poussé en raison de la teneur en eau excessive ou en raison d'une surface non-conductrice. Les fonctions standard comprennent automatisé « auto focus », « auto stigmator », « auto gun » (la saturation, la partialité et l'alignement), et automatique du contraste et de luminosité.

Les autres caractéristiques sont:

- Rapidité, acquisition de données sans surveillance
- Paramètres intelligents pour les échantillons communs
- Conception profilée
- Faible encombrement
- Barres d'outils personnalisés pour les tâches répétitives
- Amélioration des images SE
- Super lentille conique
- Un système entièrement automatique de vide
- Grande chambre pour les échantillons



**Figure 4.3.** JEOL JSM-6490 [13]

Principales caractéristiques du microscope :

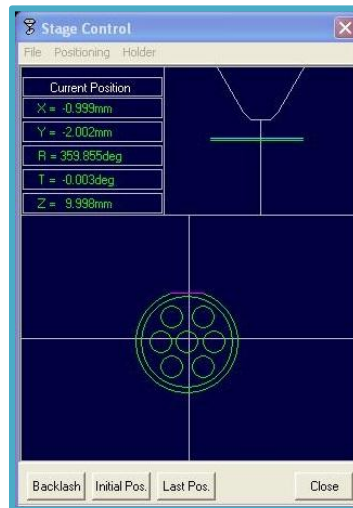
|  |  |
|--|--|
| <b>Haute résolution en mode vide</b>           | 3,0nm (30kV)   |
| <b>Tension d'accélération</b>                  | De 0,3 à 30kV  |
| <b>Grossissement</b>                           | x5 à 300.000   |
| <b>Filament</b>                                | Classique W pré-centré (avec un biais automatique continue)  |
| <b>Objectif de la lentille</b>                 | Super objectif conique   |
| <b>Ouvertures de l'objectif de la lentille</b> | Position contrôlable en les directions X/Y   |
| <b>Taille maximale des échantillons</b>        | 203,2mm de diamètre (avec porte-échantillons optionnel)<br>Jusqu'à 85mm d'épaisseur                              |
| <b>Stade de l'échantillon</b>                  | Goniomètre contrôlé par ordinateur<br>X = 125mm, Y = 100mm, Z = 5 à 80mm<br>T = -10 à 90 °, R = 360 ° (sans fin) |
| <b>Affichage LCD</b>                           | 20 pouces, haute résolution FPD  |
| <b>Changement à mode vide</b>                  | Automatique (contrôlé pour l'interface du PC)  |

**Tableau 4.1.** Caractéristiques du microscope JEOL JSM-6490 [13]

## • Procédé

Tout d'abord, nous devons coller notre échantillon poli grâce au « scotch » de graphite au support qui nous introduirons dans la chambre du MEB.

Nous ouvrons le logiciel du MEB. Ensuite, nous sélectionnons stage (Figure 4.4.), pour pouvoir approcher le support qu'il y a dans la chambre du MEB jusqu'à la position plus proche de la porte. Il est possible en faisant sur le menu « stage », un clic sur « file » -> sortie -> « go ».



**Figure 4.4.** « Stage control »

Avant d'entrer l'échantillon dans la chambre du MEB, il faut appuyer sur le bouton « vent » qui est placé en bas de la chambre. Ensuite, nous devons attendre 2 ou 3 minutes pour pouvoir ouvrir la porte et introduire l'échantillon. Une fois que nous avons introduit l'échantillon et que nous avons fermé la porte, nous devons appuyer sur le bouton « evac » qui est placé à côté de « vent ».

Une fois que nous avons appuyé sur « vent », il faut attendre jusqu'au changement de « ht off » à « ht on » (Figure 4.5.). À partir de ce moment nous pourrons utiliser le logiciel.



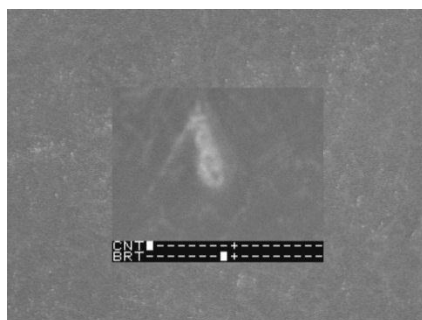
**Figure 4.5.** « ht off » et « ht on »

Pour régler le MEB, d'abord nous devons sélectionner « gun » (Figure 4.6.) et après « set bias ». Nous réglons l'image dans l'état « Scan 2 » et dans les émissions des électrons secondaires. Nous augmentons le chauffage du filament, il ne doit pas dépasser la valeur de 85 $\mu$ A, il est possible de réduire sa valeur en augmentant le « bias adjust ». Ensuite, nous faisons clic sur « auto alignment », et nous varions le contraste, l'éclat et le stigmatisme X et Y, jusqu'à trouver une image claire de l'échantillon.



**Figure 4.6.** « Gun alignment »

Il reste alors à régler le mouvement de l'image, nous faisons click sur « wobbler » (Figure 4.7.), et avec l'aide des boutons qu'il y a à l'extérieur du MEB, l'image doit vaciller, elle ne doit pas bouger.



**Figure 4.7.** Image en mode « wobbler »

Nous changeons « à l'émission des rétrodiffusés », et nous faisons les réglages nécessaires jusqu'à obtenir une image claire et nous prenons les photos.

À la fin, nous diminuons doucement la valeur du chauffage du filament, nous cliquons sur « ht on » qui changera à « ht off », sur « stage control » nous sélectionnons « file » -> sortie -> « go ». Nous appuyons sur « vent », nous attendons environ 2 min, nous retirons l'échantillon et nous appuyons sur « evac » pour vider le MEB.

## 4.2. Polissage mécanique

### 4.2.1. Principe

Le polissage mécanique permet d'obtenir des surfaces lisses, sans rayures en minimisant les dégâts mécaniques. Cette technique de polissage utilise l'action mécanique de l'abrasion. Le frottement de grains de matériaux plus durs que l'objet à polir permet d'user la surface des matériaux avec précision. Il est nécessaire d'utiliser un fluide qui a un rôle de lubrifiant, de refroidissement et de transport de matière.

Cette technique permet de polir pratiquement tous les matériaux massifs, compacts, en couche mince et même divisés ou poreux s'ils sont enrobés. Ils peuvent être multi phases et contenir des précipités ou des ségrégations. Ils peuvent être de toutes duretés à l'exception des matériaux très mous.

### 4.2.2. Mode opératoire

- **Appareillage**

Les paramètres intervenant dans le polissage sont :

- La nature de l'échantillon suivant que les liaisons sont de type métallique, semi métallique, covalente, oxyde, etc., et ses caractéristiques de dureté, de ductilité et de fragilité
- La nature de l'abrasif : nature et performance des grains. Nature de frottement
- Le lubrifiant : aide à l'abrasion, réactivité chimique directe (corrosif) ou induite (réactivité des liaisons coupées)
- La technique employée : abrasif lié (nouveaux liants polymères) ou libre
- La charge ou pression exercée
- La vitesse de l'abrasion
- Le temps de polissage

Il existe d'autres méthodes de polissage utilisées pour des matériaux particuliers ou très complexes comme montre le tableau ci-dessous.

| Technique de polissage  | Principe   | Application   |
|-------------------------|--|---|
| <b>Mécanique</b>        | Plusieurs étapes de polissage avec abrasif                 | La plupart des matériaux  |
| <b>Mécano chimique</b>  | Adition d'un réactif en étape final de polissage mécanique | Métaux réfractaires et réactifs,<br>Alliages de W, Mo, Ti, Zr<br>Minéraux et semi-conducteurs |
| <b>Chimique</b>         | Utilisation d'un réactif d'attaque sans abrasif            | Métaux légers et alliages<br>Base de Pb, Cu, Zn, al<br>Minéraux et semi-conducteurs           |
| <b>Electrochimique</b>  | Dissolution anodique                                       | Métaux et semi-conducteurs<br>Alliages inoxydables, base nickel Al, Ti, métaux nobles         |
| <b>Electromécanique</b> | Polissage mécanique avec dissolution anodique simultanée   | Métaux réfractaires   |

**Tableau 4.2.** Méthodes de polissage utilisées pour des matériaux particuliers ou très complexes

Le but est de rendre la surface plane par enlèvement de matière sans induire de défauts de structure et de modifications chimiques de surface que nous ne pourrions pas enlever ensuite. Nous aboutirons à une surface plane à condition de ne pas labourer la surface et de ne pas créer des défauts internes profonds. La surface est usée par phases successives pour que l'amplitude de la rugosité soit diminuée. Plus nous avançons et moins nous enlevons de matière du fait que le grain du polissage est de plus en plus petit. Ce sont des étapes de plus en plus délicates qui nécessitent un travail soigné avec un contrôle sous microscope optique dès le début du polissage. Au final, la surface doit être sans déformation ni rayure.

### • Polisseuses à disque

Les polisseuses mécaniques (Figure 4.8.) comportent un ou plusieurs plateaux métalliques rotatifs en Dural, fonte, alliage de nickel ou acier (200 à 300 mm de diamètre) qui recevront des plateaux ou disques de polissage contenant l'abrasif et une arrivée d'eau pour le refroidissement. Le plateau sous forme de disque est mis en rotation à l'aide d'un moteur électrique à vitesse variable. On distingue les polisseuses à grande vitesses de routine et celles à faibles vitesses pour les finitions et superfinitions.





**Figure 4.8.** Polisseuse mécanique

Tous les catalogues des fabricants donnent des tableaux ou chartes d'utilisations pour guider l'utilisateur dans le choix technique des supports, abrasifs et lubrifiants.

- **Abrasif**

Pour l'abrasif, il faut tenir compte de sa nature chimique et de sa structure ce qui va déterminer sa dureté et sa fragilité. Il existe de nombreux types d'abrasifs que nous choisirons en fonction de la nature du matériau, du support de polissage et de la qualité de finition souhaitée. Il est très important de savoir qu'un abrasif n'agit que par sa dureté et l'agressivité de ses bords de coupe qui régissent son pouvoir d'usure et la quantité de matière enlevée.

Les abrasifs sont généralement des carbures de silicium, des carbures de chrome, des nitrures, des borures, des alumines, du diamant, du corindon, du grenat, de l'oxyde de fer, l'oxyde de chrome (Si et métaux), l'étain pur ou avec oxyde de plomb ou d'étain (pour matériaux tendres et plastiques), oxydes mélangés de cérium, lanthane et zirconium, diamant (pour métaux, semi-conducteurs et cristaux), de l'oxyde de cérium, de l'oxyde de zirconium et de la silice entre autres colloïdale, etc.

Les abrasifs pour tissus sont proposés libres en poudre ou liés à un lubrifiant liquide lequel peut être soluble ou non dans l'eau. Il en existe en suspension dans de l'eau, de l'alcool ou de l'huile. Ils sont conditionnés en pistolet, en aérosol ou encore sous forme de pâte à diluer directement sur le disque. Le conditionnement en aérosol est plus pratique pour réaliser une répartition homogène sur le plateau que la pâte. Elle est plus difficile à l'usage car il faut étaler la pâte de façon homogène avec un diluant. C'est le polissage à trois corps où les grains d'abrasif agissent par usure en roulant sur l'échantillon. C'est une méthode douce utilisée en finition avec les grains les plus fins. Il faudra travailler avec soin car les abrasifs sont libres et peuvent donc s'incruster dans l'échantillon.



### 4.2.3. Échantillons polis

- **Échantillons de diamètre 36 mm**

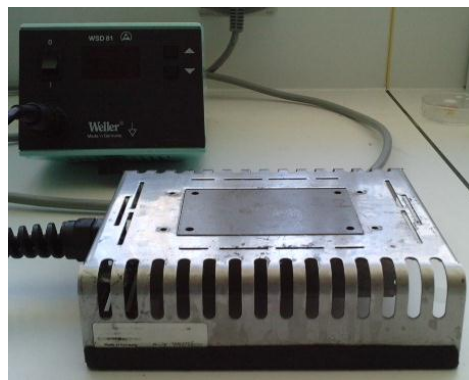
Le polissage des échantillons de diamètre 36 mm (Figure 4.9.), est formé pour différents pas : le collé, le polissage, le décollé et le polissage final. Nous allons travailler de la façon suivante, nous collerons d'abord l'échantillon à un support (Figure 4.9.) de diamètre un peu plus élevé, puis nous emploierons la polisseuse mécanique avec les papiers de grain de différent épaisseur. Ensuite nous décollerons l'échantillon du support pour faire le polissage final.



**Figure 4.9.** Support et échantillon de 36mm de diamètre

#### I. Collé

Éliminer de l'échantillon le papier de graphite provenant du frittage avec un papier à grain gros, mettre le support pour coller sur la plaque chauffante (Figure 4.10.) autour de 130°C, appliquer de la cire sur le support et assembler l'échantillon, faire attention de qu'il y ait pour toute la surface de la cire. Après pour refroidir plus rapide les introduire dedans un récipient avec de l'eau.



**Figure 4.10.** Plaque chauffante

## II. Polissage

Procédure: nous emploierons la polisseuse mécanique (Figure 4.11.). Nous mètrons l'échantillon collé sur le support dans un trou et nous réglerons les différents paramètres pression, vitesse de rotation, temps ; comme lubrifiant nous utiliserons de l'eau. Nous réaliserons ce processus pour les papiers de granulométrie de 80, 120, 240, 400, 600, 800, 1200 et 2500.



**Figure 4.11.** Polisseuse automatique

Dans le tableau ci-dessous, nous pouvons observer les paramètres que nous utilisons pour réaliser le polissage. Avec le papier de granulométrie 80, il faut augmenter au maximum la pression et la vitesse de rotation, pour enlever plus rapidement la première couche.

| Granulométrie | Pression [lbs] | Vitesse de rotation<br>[tr/min] | Temps [min] |
|---------------|----------------|---------------------------------|-------------|
| 80            | 25             | 100 CONTRA                      | 150         |
| 120           | 20             | 100 CONTRA                      | 15          |
| 240           | 20             | 100 CONTRA                      | 10          |
| 400           | 15             | 50 CONTRA                       | 30          |
| 600           | 10             | 50 CONTRA                       | 10          |
| 800           | 5              | 50 CONTRA                       | 5           |
| 1200          | 5              | 100 COMP                        | 10          |
| 2500          | 5              | 100 COMP                        | 15          |

**Tableau 4.3.** Paramètres pour réaliser le polissage

## III. Décollé

Procédure : chauffer l'échantillon collé au support autour de 130°C. Ensuite le retirer avec l'aide des pinces et le mettre dans un récipient avec de l'acétone, faire attention de ne pas rayer la surface de l'échantillon.

## IV. Polissage final

Nous emploierons la polisseuse à disque. Nous utiliserons comme abrasif, le spray diamanté de 6, 3, et 1  $\mu\text{m}$ , la durée est entre 10-20 minutes pour chaque abrasif ; et comme lubrifiant de l'alcool. Après nous ferons le processus chimique avec le silicium, pendant 10 minutes.

## • Échantillons de diamètre 8 mm et de petites dimensions

Il y a deux différences dans le processus de polissage entre les échantillons de diamètre 8mm et des petites dimensions (Figure 4.12.) et les de diamètre 36mm. Pour le premier nous emploierons la polisseuse à disque au lieu de la mécanique, et le temps d'emploi de chaque papier est entre 1-5min. Pour les secondes (Figure 4.13.), le support où nous collerons l'échantillon est composé d'un cylindre massif et d'un autre creux, nous pouvons les observer dans l'image ci-dessous.



**Figure 4.12.** Echantillons de 36mm, 8 mm de diamètre et autres formes



**Figure 4.13.** Support des échantillons de dimensions petites

## 4.3. Observation

### 4.3.1. Microstructure de l'alliage GE B482

La poudre GE B482, de composition chimique (%at.) Ti-48Al-2Cr-2Nb a été frittée par SPS à différentes températures, pressions et durées (Tableau 4.4.), à de connaître leur influence sur la microstructure.

L'ajout de Cr dans la poudre GE B482 a pour but l'augmentation de la ductilité des alliages à microstructure duplex, et l'ajout de Nb l'amélioration de la résistance à l'oxydation.

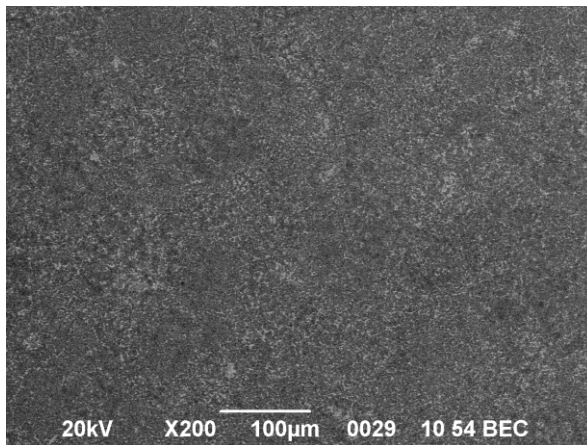
| Référence<br>SPS | Poudre  | Température<br>SPS [°C] | Durée<br>[min] | Pression<br>[MPa] |
|------------------|---------|-------------------------|----------------|-------------------|
| AI 857           | GE B482 | 1200                    | 2              | 25                |
| AI 413           | GE B482 | 1200                    | 2              | 50                |
| AI 961           | GE B482 | 1225                    | 60             | 100               |
| AJ 455           | GE B482 | 1260                    | 60             | 100               |

**Tableau 4.4.** Echantillons élaborés avec la poudre GE B482 frittées par SPS

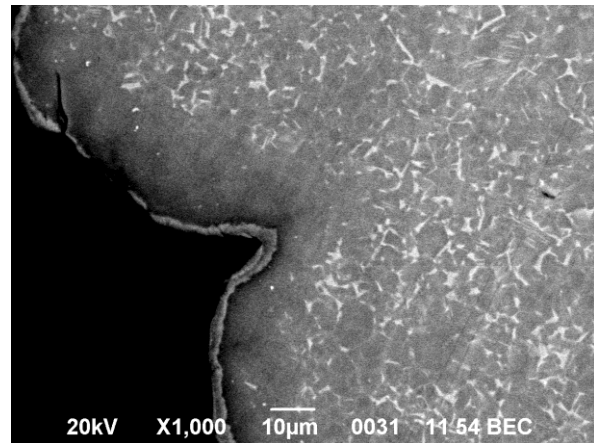
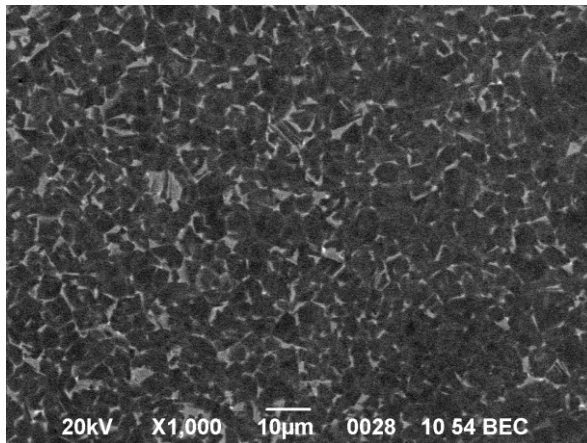
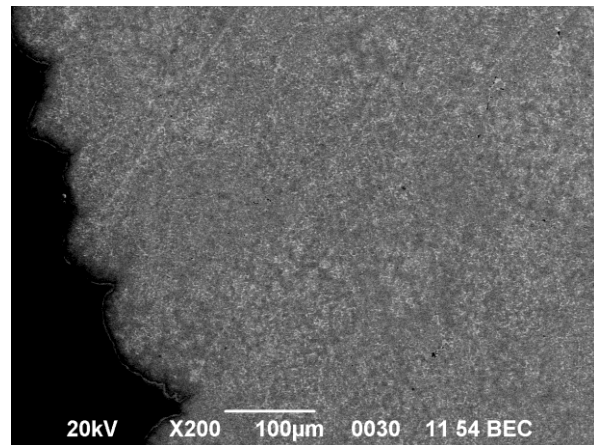
Nous avons observé d'abord deux échantillons frittés de poudre GE B482, à la même température de 1200°C et au même maintien de 2 minutes, mais avec une pression appliquée de 25MPa (Figure 4.14.) et de 50MPa (Figure 4.15.).

Nous avons obtenu dans les deux échantillons une microstructure biphasée, avec une grande homogénéité dans le centre et le bord de l'échantillon. Dans l'échantillon fritté à une pression de 50MPa, nous avons trouvé que ses grains sont plus gros à cause de la pression plus élevée.

Centre de l'échantillon:

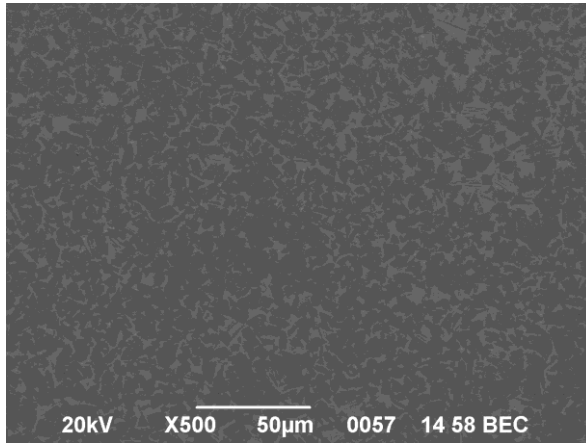


Bord de l'échantillon:

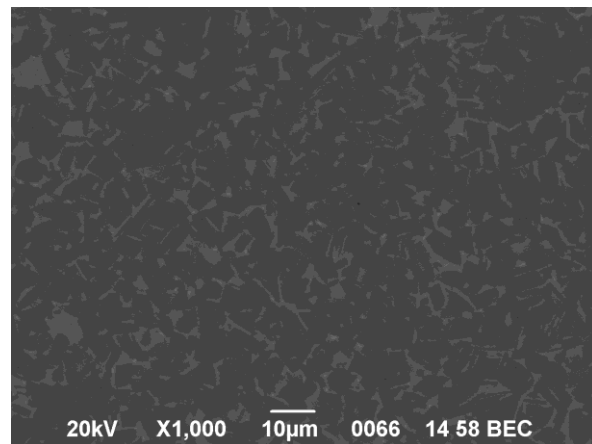
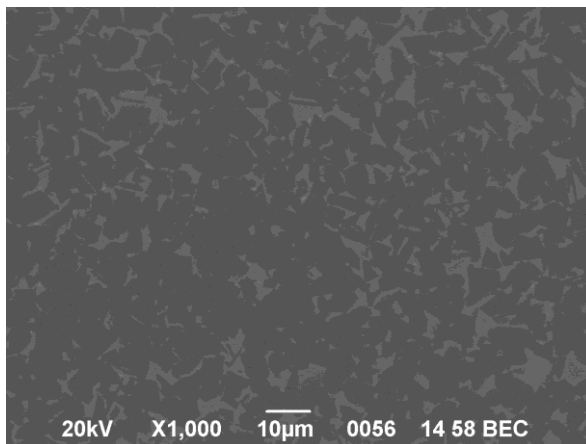
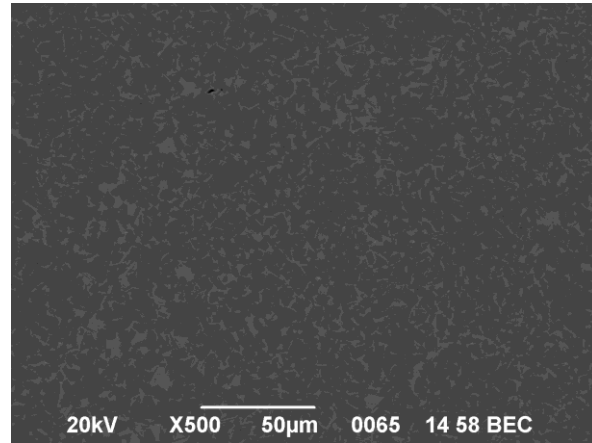


**Figure 4.14.** Observation MEB des microstructures SPS élaborées avec la poudre GE B482 à 1200°C, 25MPa en 2'

Centre de l'échantillon:



Bord de l'échantillon:

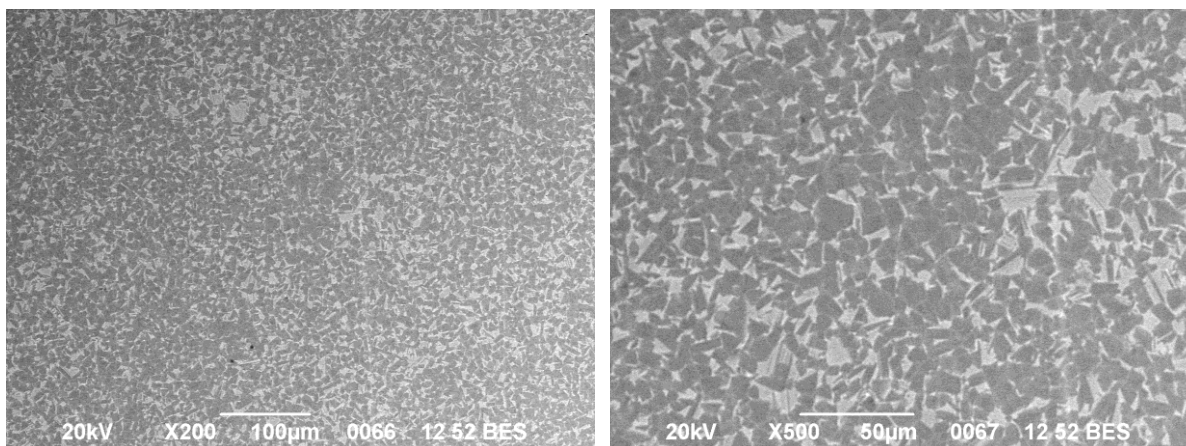


**Figure 4.15.** Observation MEB des microstructures SPS élaborées avec la poudre GE B482 à 1200°C, 50MPa en 2'

Ensuite, nous avons observé deux autres échantillons frittés aussi avec la poudre GE B482, à la même pression de 100MPa et au même temps de maintien pendant 60 minutes, avec une température de 1225°C (Figure 4.16.) et 1260°C (Figure 4.17.).

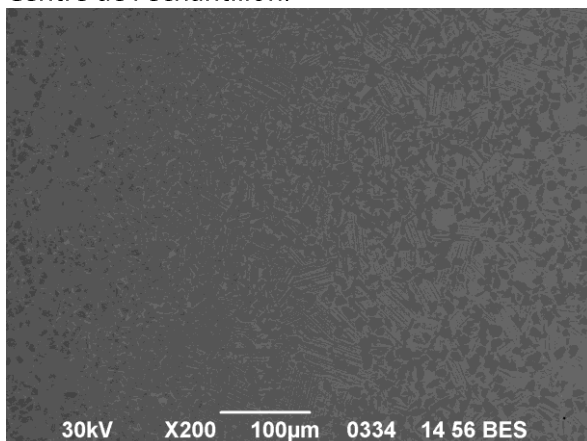
Nous avons obtenu dans l'échantillon fritté à 1225°C une microstructure biphasée avec une distribution de grain homogène. Dans l'autre échantillon fritté à 1260°C, nous avons trouvé une microstructure duplex, dans le centre il existe des zones de grain de taille gros et petite, et dans le bord les grains sont de taille petite. Grace à l'augmentation de la température nous avons obtenu une microstructure duplex.



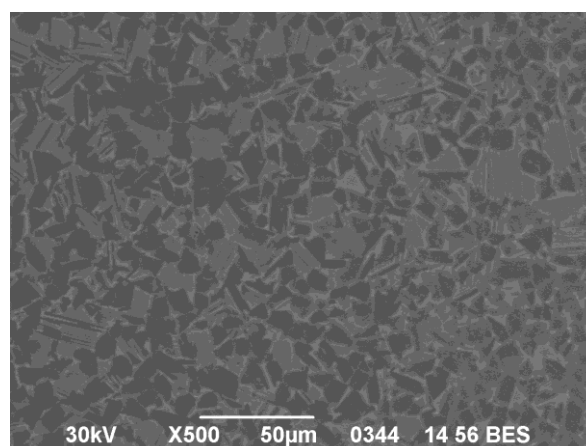
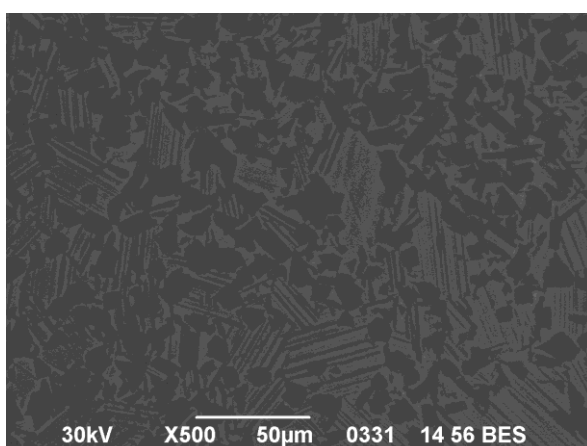
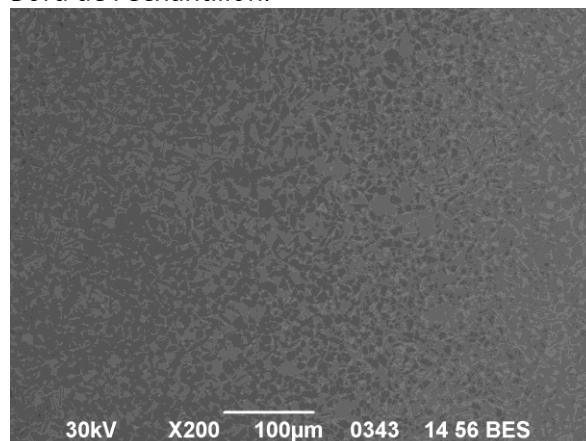


**Figure 4.16.** Observation MEB des microstructures SPS élaborées avec la poudre GE B482 à 1225°C, 100MPa en 60'

Centre de l'échantillon:



Bord de l'échantillon:



**Figure 4.17.** Observation MEB des microstructures SPS élaborées avec la poudre GE B482 à 1260°C, 100MPa en 60'

### 4.3.2. Microstructure de l'alliage G4

La poudre G4, de composition chimique (%at.) Ti-47Al-1Re-1W-0,2Si a été frittée par SPS avec la même durée de maintien, température et pressions et durées, mais avec différents traitements SPS (Tableau 4.5.), afin de connaître leur influence sur la microstructure.

L'ajout de W dans la poudre G4 a pour but d'améliorer la résistance à l'oxydation et en fluage et l'ajout de Si d'améliorer la résistance à l'oxydation et en fluage, d'augmenter la fluidité en coulée et de réduire la tendance à la fissuration à chaud.

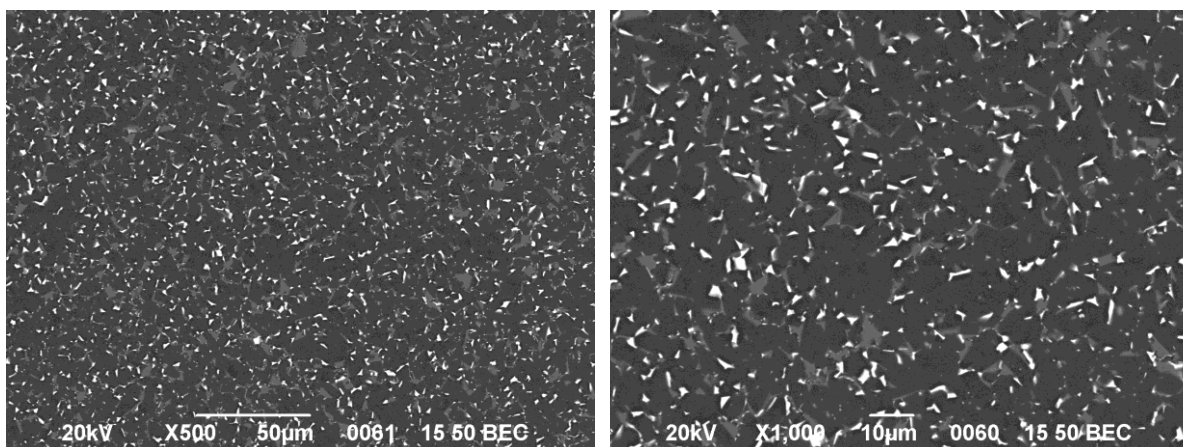
| Référence<br>SPS | Poudre | Température<br>SPS [°C] | Durée<br>[min] | Pression<br>[MPa] |
|------------------|--------|-------------------------|----------------|-------------------|
| Al 855           | G4     | 1220                    | 60             | 100               |
| AJ 461           | G4     | 1220                    | 60             | 100               |

**Tableau 4.5.** Echantillons élaborés avec la poudre G4 frittés par SPS

Nous avons observé deux échantillons frittés de la poudre G4 (Figures 4.18. et 4.19.) qui ont été élaborés avec un mélange de grain de différente granulométrie. Nous avons utilisé 16g de grain de granulométrie entre 80-125µm et 16g de granulométrie entre 125-200µm.

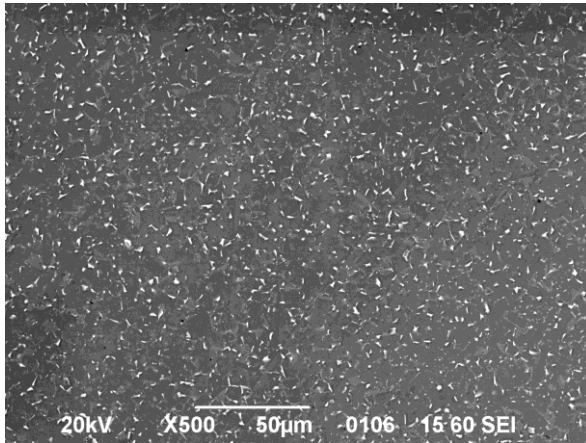
Nous avons réalisé un premier échantillon, mais nous n'avons pas obtenu la microstructure attendue, nous avons pensé cela était dû à un problème dans la mesure de la température expérimentale dû pyromètre. Par conséquent, nous avons réalisé un second échantillon dans les mêmes conditions.

Nous avons trouvé une microstructure biphasée homogène dans les deux échantillons. Par contre, dans l'échantillon fritté avec la référence SPS Al 855, il est apparu de la porosité dans tout l'échantillon mais d'une façon plus prononcée dans le bord.

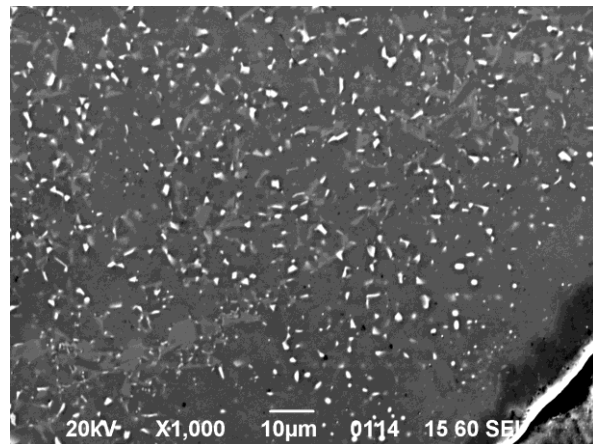
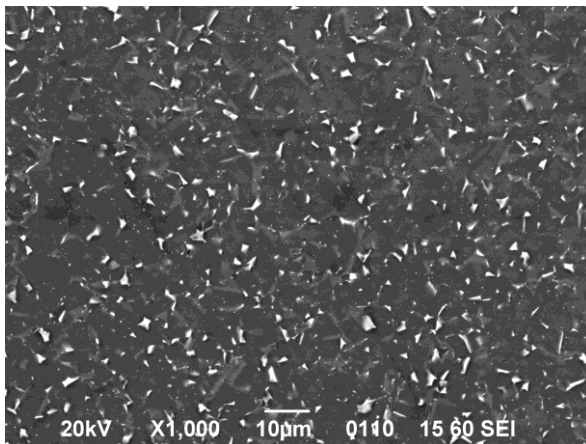
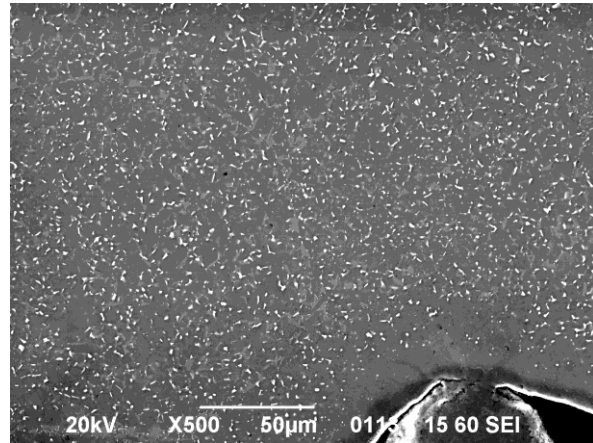


**Figure 4.18.** Observation MEB des microstructures SPS élaborées avec la poudre G4 à 1200°C, 100MPa en 60', traitement SPS Al855

Centre de l'échantillon:



Bord de l'échantillon:



**Figure 4.19.** Observation MEB des microstructures SPS élaborées avec la poudre G4 à 1200°C, 100MPa en 60', traitement SPS AJ 471

### 4.3.3. Microstructure de l'alliage TNM

La poudre TNM, qui est composé parmi Ti, Al et Mn a été frittée par SPS avec la même pression et durée mais avec différentes températures (Tableau 4.6.), afin de connaître leur influence sur la microstructure.

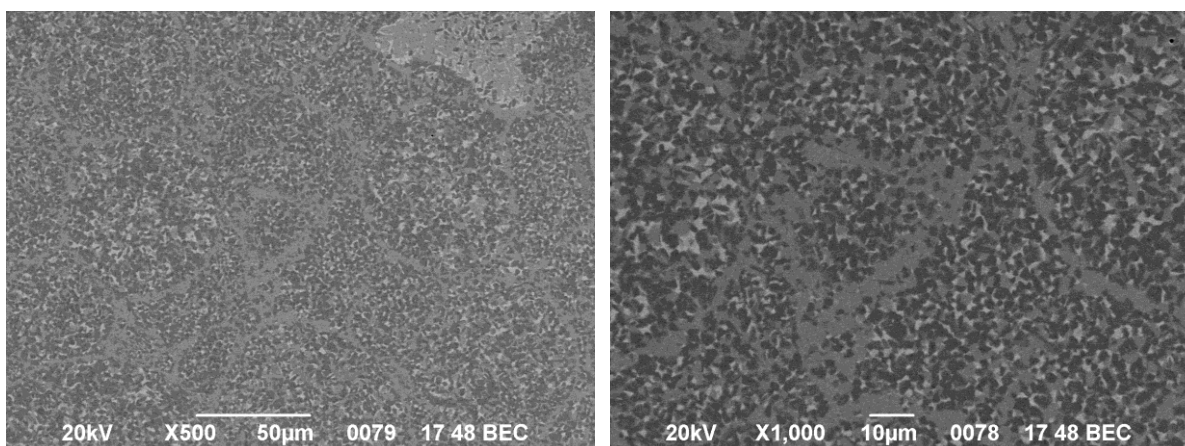
L'ajout de Mn dans la poudre TNM a pour but l'augmentation de la ductilité des alliages à microstructure duplex.



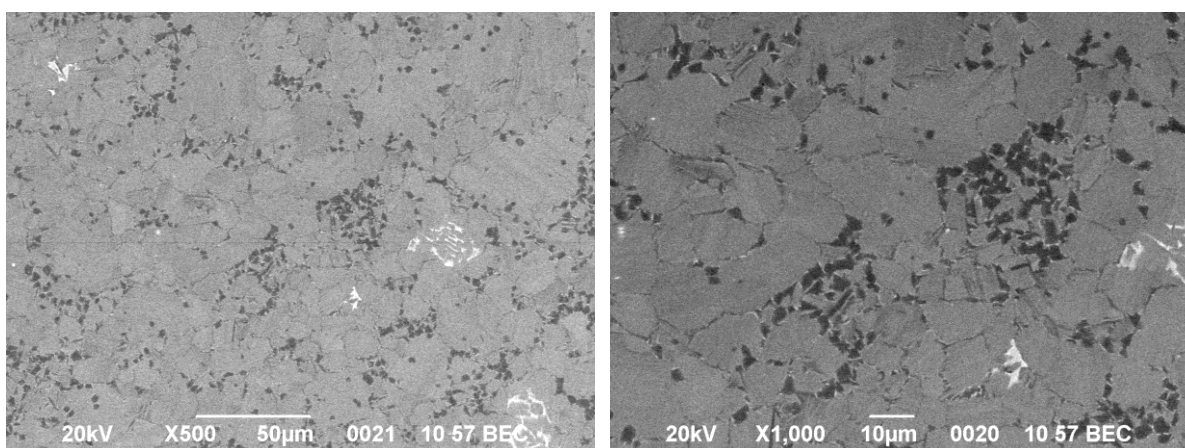
| Reference<br>SPS | Poudre | Température<br>SPS [°C] | Durée<br>[min] | Pression<br>[MPa] |
|------------------|--------|-------------------------|----------------|-------------------|
| Al 100           | TNM    | 1175                    | 2              | 100               |
| Al 101           | TNM    | 1225                    | 2              | 100               |
| Al 102           | TNM    | 1275                    | 2              | 100               |

**Tableau 4.6.** Echantillons élaborés avec la poudre TNM frittés par SPS

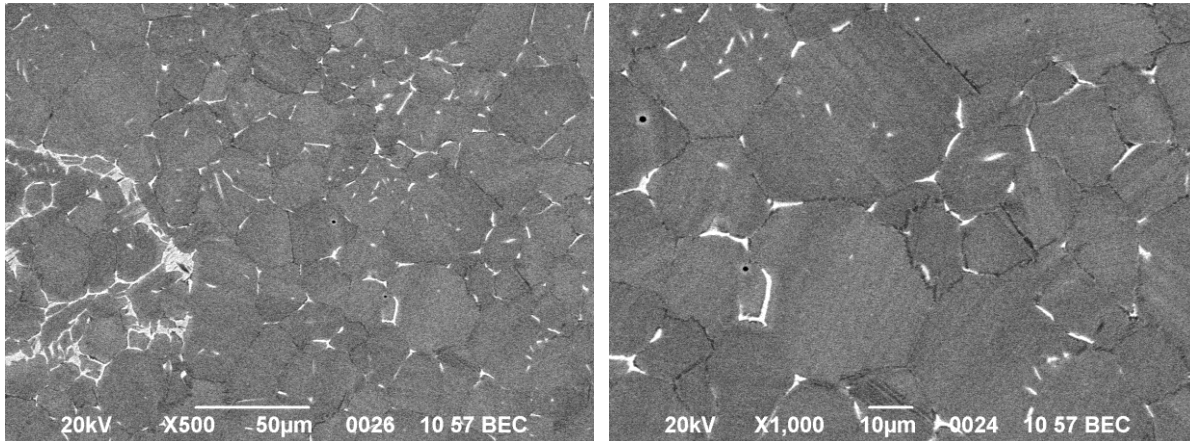
Nous avons obtenu dans les trois échantillons (Figures de la 4.20. à la 4.22.) une microstructure biphasée et nous pouvons observer clairement les une variation dans les tailles des grains. Cette augmentation dans la taille des grains est due à l'élévation de la température de frittage. Par contre, il a aperçu porosité dans la compaction de la poudre dans l'échantillon fritté à 1275°C.



**Figure 4.20.** Observation MEB des microstructures SPS élaborées avec la poudre TNM à 1175°C, 100MPa en 2'



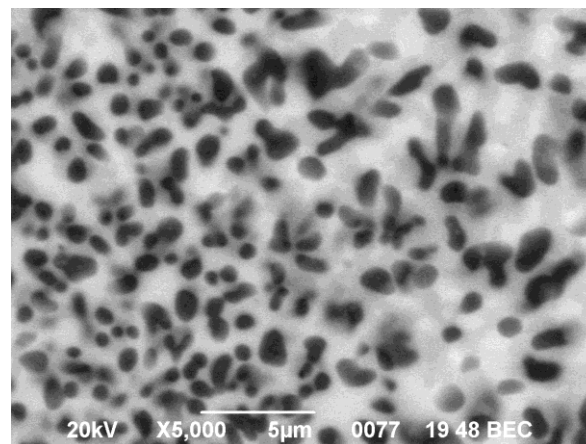
**Figure 4.21.** Observation MEB des microstructures SPS élaborées avec la poudre TNM à 1225°C, 100MPa en 2'



**Figure 4.22.** Observation MEB des microstructures SPS élaborées avec la poudre TNM à 1275°C, 100MPa et 2'

#### 4.3.4. Microstructure de l'alliage nano TiAl

Nous avons étudié un échantillon fritté avec une poudre formée par de nano particules de l'alliage TiAl (Figure 4.23.) qui a été fritté en Chine. Nous avons observé l'échantillon avec un grand grandissement, la microstructure aperçue était formée par de particules rondes et autres allongées avec les bords ronds de couleur noire. La distribution des particules est hétérogène sur un fond de couleur claire.

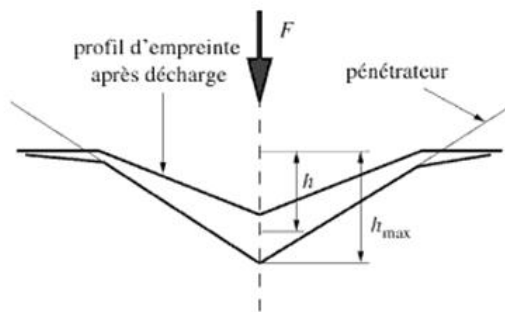


**Figure 4.23.** Observation MEB des microstructures SPS élaborées avec la poudre de particules de nano TiAl

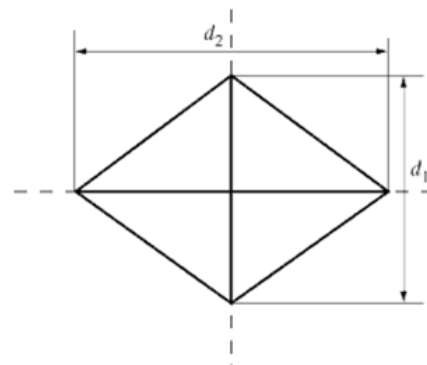
## 4.4. Essai de dureté Vickers

Le procédé Vickers est le procédé de mesure de dureté le plus précis, et concerne le domaine de mesure le plus large. Nous distinguons plusieurs variantes de cet essai selon la valeur de la charge appliquée.

Pour l'essai de dureté Vickers, nous utilisons comme pénétrateur (Figures 4.24. et 4.25.) un diamant épointé de forme pyramidale à base carrée et d'angle  $136^\circ$  entre deux faces opposées. Il est fragile aux chocs, mais apte à l'utilisation en conditions plus sévères que la bille dans le procédé Brinell. En revanche, il est possible d'examiner des matériaux plus durs. Il n'y a pas de limite aux duretés mesurables par l'essai de dureté Vickers.



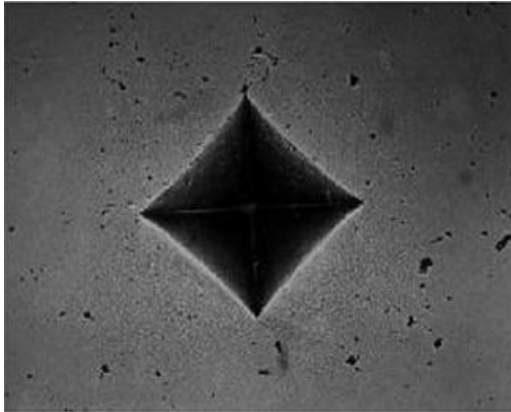
**Figure 4.24.** Schéma d'une empreinte d'indentation Vickers [15]



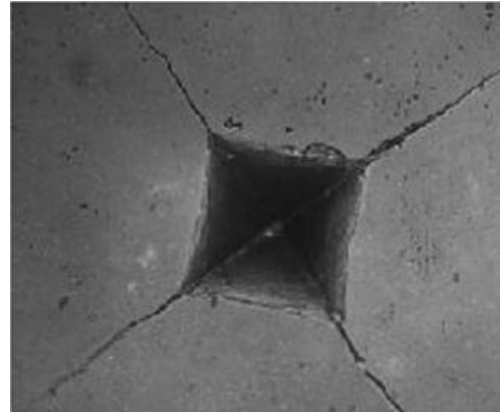
**Figure 4.25.** Schéma de principe d'un essai de dureté Vickers [15]

La force est appliquée de 10 à 15s, jusqu'à sa valeur maximale. Elle est ensuite retirée. La pyramide laisse alors une empreinte de forme pyramidale.

Pour les charges comprises entre 100 et 1000 N (Figure 4.26.), la charge n'a pas influence sur la mesure de dureté. Pour les échantillons dont la surface de mesure est petite ou mince, nous utilisons des forces plus faibles, entre 2 et 50 N (Figure 4.27.). Les charges inférieures de 2 N sont est appropriées pour la mesure de dureté des grains individuels d'un polycristal par exemple.



**Figure 4.26.** Empreinte de dureté Vickers dans un matériau ductile [15]



**Figure 4.27.** Empreinte de dureté Vickers dans un matériau fragile [15]

La diagonale de l'empreinte est mesurée. La valeur moyenne des deux diagonales est utilisée si le matériau est anisotrope. La précision du dispositif de mesure doit être de l'ordre de  $\pm 1\%$ , correspondant à un écart sur la dureté de  $\pm 2\%$ . Les calculs des duretés Vickers (HV) et Brinell (HB) sont semblables. La mesure de dureté Vickers est définie par :

$$HV = \frac{0,1891 \cdot F}{d^2} \quad \begin{array}{l} \text{Charge appliqué, } F \text{ [N]} \\ \text{Diagonale de l'empreinte, } d \text{ [mm]} \end{array}$$

Les valeurs de dureté Vickers obtenues par différentes mesures sont comparables seulement s'ils sont effectués sous des conditions identiques. Une valeur de dureté Vickers selon la norme doit mentionner ces conditions de mesures par une désignation symbolique normalisée. Par exemple 640 HV 50 désigne une dureté Vickers de 640, obtenue en utilisant une charge  $F = 490 \text{ N}$  et une durée de mesure comprise entre 10 et 15 s.

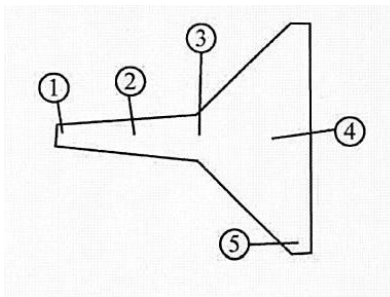
Les domaines d'application de la mesure de dureté Vickers sont par exemple :

- La mesure de dureté pour des matériaux de tout niveau de dureté, y compris les matériaux durs frittés. Dans ce dernier cas, l'empreinte ne mesure que quelques  $\mu\text{m}$ . Plus l'empreinte est petite, plus la qualité de la surface indentée doit être propre.
- La mesure de dureté d'une couche superficielle durcie. La force de mesure doit être choisie de façon qu'aucune trace de déformation ne soit visible sur la face opposée après l'essai, et de façon que l'épaisseur de la couche soit supérieure ou égale à 1,5 fois la diagonale de l'empreinte.
- La mesure de dureté Vickers peut être effectuée sur une surface cylindrique convexe ou sphérique. Il est nécessaire de respecter un bon centrage de l'échantillon par rapport à l'axe du pénétrateur, et d'autre part d'effectuer une correction en fonction de la géométrie de la surface indentée.



## 4.5. Étude de la relation entre la dureté et la microstructure

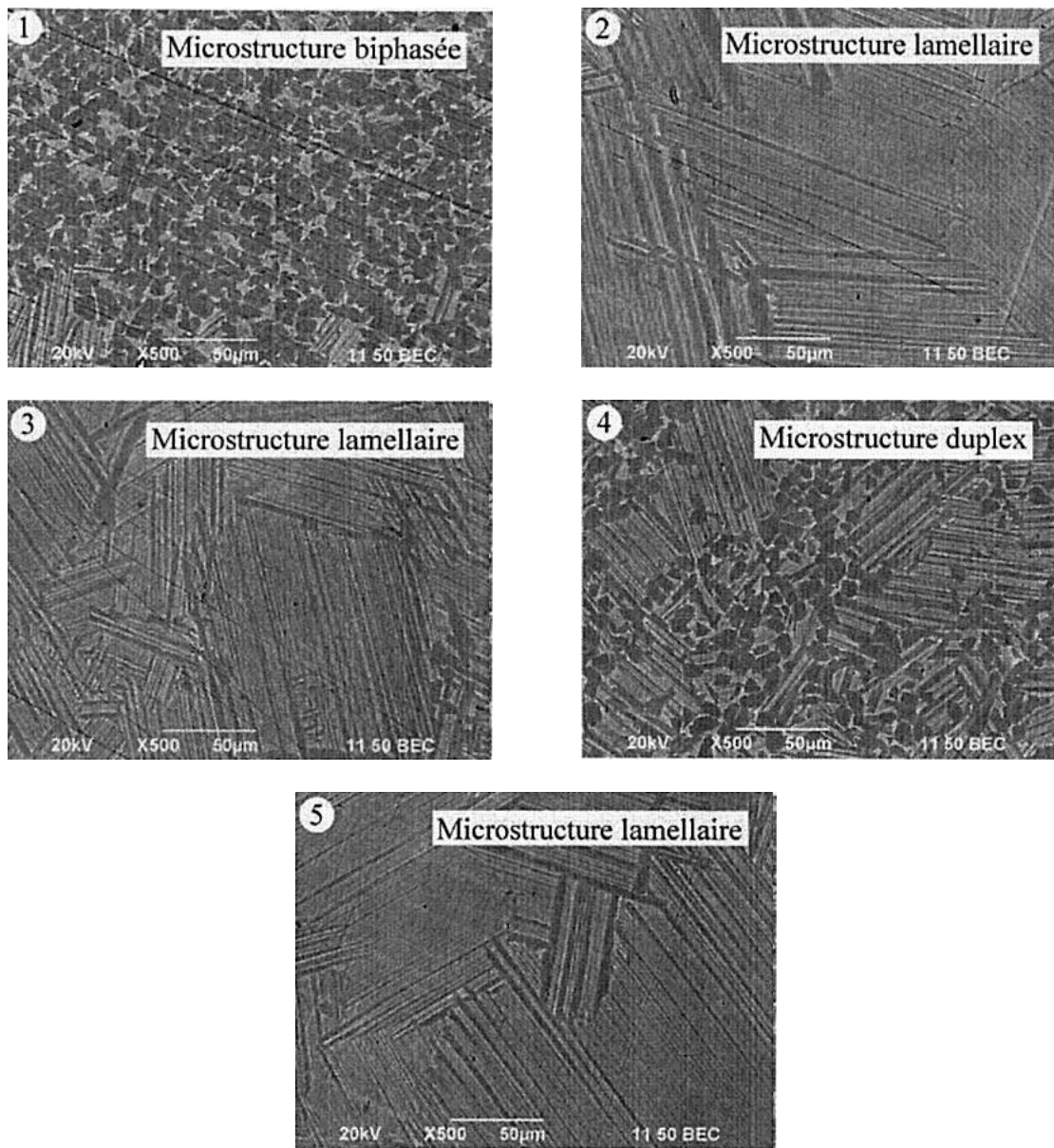
Nous avons réalisé l'essai Vickers sur le suivant échantillon voilé (Figure 4.28.) qui a été fritté avec une pression de 50MPa, à une température SPS 1200°C, appliquées pendant 5s (référence FCH Voilée 1200°C/50MPa/5' Al394), notre but était de trouver s'il y avait une éventuelle variation de la dureté sur les différentes zones de l'échantillon, concrètement sur les 5 zones que montre la figure ci-dessous, puisque la structure du matériau est différente.



**Figure 4.28.** Zones où s'est réalisé l'essai de dureté

Grâce à l'observation avec le microscope électronique à balayage, de la microstructure de cet échantillon (Figure 4.29.), nous avons trouvé une microstructure biphasée dans la zone 1, une microstructure lamellaire dans les zones 2, 3 et 5, et une microstructure duplex dans la zone 4.

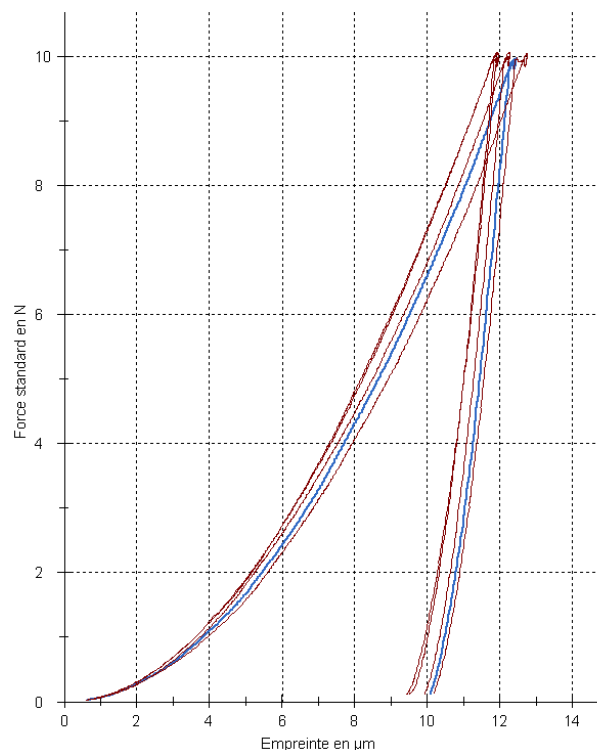
Nous avons procédé de la façon suivante, d'abord nous avons fait 5 empreintes sur chaque zone, en appliquant une charge d'un kg avec une machine de traction/compression Zwick Roell Z030 (Figure 4.30.), dont le logiciel fournit la courbe force-déplacement (Figure 4.31.). Nous avons utilisé le microscope optique avec un grandissement de 400, pour lequel une division mesurée avec lui est égale à 2,5µm. Ensuite en appliquant la formule pour mesurer la dureté Vickers et en remplaçant le coefficient de force et longueur, nous obtenons sa valeur.



**Figure 4.29.** Microstructure de chaque zone de l'échantillon voilé



**Figure 4.30.** Machine de traction/compression Zwick Roell Z030 [16]



**Figure 4.31.** Courbe force-déplacement obtenue dans la zone 3

Nous observons les résultats obtenus pour chaque zone, dans les tableaux ci-dessous (Tableaux 4.7. et 4.8.), et sa microstructure. Les zones lamellaires ont une dureté autour de 270, 280 et 290N, la zone biphasée autour de 275N et la zone duplex autour de 280N. Par conséquent, nous pouvons dire que les différentes duretés pour chaque zone sont semblables, il n'y pas une grande fluctuation, par conséquent la dureté est homogène et il n'y pas une influence entre la microstructure présente en chaque zone et sa dureté pour cet échantillon.

| Point 1 [N] |        | Point 2 [N] |        | Point 3 [N] |        | Point 4 [N] |        | Point 5 [N] |        |
|-------------|--------|-------------|--------|-------------|--------|-------------|--------|-------------|--------|
| 277,83      | 277,83 | 277,83      | 269,6  | 336,18      | 314,84 | 295,47      | 277,83 | 277,83      | 277,83 |
| 277,83      | 277,83 | 277,83      | 261,73 | 286,45      | 277,83 | 277,83      | 277,83 | 261,73      | 261,73 |
| 295,47      | 286,45 | 277,83      | 277,83 | 314,84      | 295,47 | 286,45      | 277,83 | 269,6       | 261,73 |
| 269,6       | 261,73 | 295,47      | 295,47 | 261,73      | 246,99 | 277,83      | 269,6  | 277,83      | 261,73 |
| 269,6       | 261,73 | ---         | ---    | 295,47      | 277,83 | 286,45      | 277,83 | 277,83      | 277,83 |

**Tableau 4.7.** Valeurs de la dureté Vickers obtenues

| Point 1 [N] | Point 2 [N] | Point 3 [N] | Point 4 [N] | Point 5 [N] |
|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| 275,59      | 279,2       | 290,76      | 280,5       | 270,57      |

**Tableau 4.8.** Valeurs moyennes de la dureté Vickers obtenues

*Remarque : nous nous sommes permis de citer plusieurs textes y compris dans la suite du manuscrite, nous renvoyons à la bibliographie [12], [13], [14], [15] et [16].*



# Conclusion

# Conclusion

Ce stage au sein du CEMES/CNRS a été très enrichissant, j'ai pu découvrir comment se déroule la recherche grâce au projet de développement de matériaux métalliques et le commencement de fabrication de pièces près de cotes par Spark Plasma Sintering. Ce projet m'a donné l'occasion de mettre à profit les compétences et connaissances acquises et il m'a permis obtenir des nouvelles compétences.

Dans le domaine de la méthode des éléments finis, j'ai pu comprendre l'avantage de modéliser le comportement des machines SPS dû à la difficulté du contrôle de la température des échantillons pendant le compactage. Grâce à l'apprentissage du code COMSOL, j'ai pu réaliser les calculs des températures SPS. J'ai pu approximer les températures simulées aux expérimentales du SPS des machines PNF2/CNRS, Mecacrhome et ICB/CNRS, grâce à la détermination d'un procédé pour pouvoir déterminer la constante d'émissivité équivalente de la feutrine des machines SPS. En outre, j'ai pu déterminer des paramètres physiques en fonction de la porosité et des paramètres thermo dynamiques des matériaux pour leur modélisation.

Dans le domaine de la microscopie, grâce aux échantillons obtenus par Spark Plasma Sintering de la machine toulousaine de la Plateforme National de Frittage Flash (PNF2/CNRS) avec les poudres d'alliage TiAl GE B482, G4, TNM et aussi une poudre de nano TiAl fritté en Chine, j'ai appris à caractériser la microstructure avec le microscope électronique à balayage (MEB), et le procédé de préparation par l'observation. En outre, j'ai pu étudier la relation entre la dureté et la microstructure de ces échantillons avec la réalisation des essais mécaniques.

Au terme de ce stage, j'ai eu la satisfaction d'avoir fait partie de ce projet géré par une équipe humaine qui m'a permis de développer mon travail de manière autonome. Ce stage a été une expérience déterminante dont j'ai pu certainement profiter au niveau professionnel et personnel grâce à l'équipe humaine qui est à la tête de cet important projet.

# Bibliographie

# Bibliographie

- [1] Centre National de la Recherche Scientifique (CNRS)  
<http://www.cnrs.fr>
- [2] Centre d'Élaboration de Matériaux et d'Études Structurales (CEMES/CNRS)  
<http://www.cemes.fr>
- [3] Plateforme National de Frittage Flash (PNF2/CNRS)  
<http://pnf2.dr14.cnrs.fr>
- [4] W. Chen, U. Anselmi-Tamburine, J. E. Garay, J. R. Groza, and Z. Q. Munir, *"Fundamental Investigations on the Spark Plasma Sintering/Synthesis Process: I. Effect of DC Pulsing on Reactivity"*, Materials Science and Engineering A, 2005
- [5] Z A Munir, U Anselmi-Tamburini. *"The Effect of Electric Field and Pressure on the Synthesis and Consolidation of Materials: A Review of the Spark Plasma Sintering Method"*, Journal of Materials Science, 2006
- [6] A. Couret, G. Molénat, J. Galy and M. Thomas, *"Microstructures and mechanical properties of TiAl alloys consolidated by spark plasma sintering"*, Intermetallics, 2008
- [7] H. Jabbar, *"Développement d'alliages TiAl pour l'aéronautique par Saprk Plasma Sintering"*, Thèse, Université de Toulouse, 2010
- [8] Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry  
<http://www.calphad.org>
- [9] G. Molénat, L. Durand, J. Galy, and A. Couret, *"Temperature Control in Spark Plasma Sintering: An FEM Approach"*, Journal of Metallurgy, 2010
- [10] Multiphysics Modeling and Simulation Software - COMSOL  
<http://www.comsol.com>
- [11] R. Orrù, R. Licheri, A. M. Locci, A. Cincotti, G. Cao, *"Consolidation/synthesis of materials by electric current activated/assisted sintering"*, Materials Science and Engineering R, 2008
- [12] H. Paqueton et J. Ruste. Microscopie, *"Électronique à balayage"*, Techniques de l'Ingénieur
- [13] JEOL  
<http://www.jeol.com>

- [14] J. Ayache, L. Beaunier, J. Boumendil, G. Ehret et D. Laub, *"Guide de préparation des échantillons pour la microscopie électronique en transmission"*, Publications de l'Université de Saint-Étienne
  
- [15] ] S. Degallaix et B. Illschner, *"Caractérisation expérimentale des matériaux: Propriétés physiques, thermiques et mécaniques"*, Presses polytechniques et universitaires romandes, 2007
  
- [16] Zwick Roell  
<http://www.zwick.com>